

# 参芪胶囊中人参皂甙 R<sub>g1</sub> 含量的薄层扫描法测定

韩立炜<sup>1</sup>, 任天池<sup>1</sup>, 赵雪梅<sup>2</sup>, 梁孟柏<sup>3</sup>

(1 北京中医药大学中药学院, 北京 100029; 2 北京朝阳药品器材经营公司, 北京 100026;

3 北京九发药业有限公司, 北京 100071)

**摘要:** 建立了参芪胶囊中人参皂甙 R<sub>g1</sub> 含量的薄层扫描测定方法。展开剂采用氯仿-甲醇-水(13: 7: 2) 在 10℃ 以下放置过夜的下层溶液, 在该条件下, 黄芪皂甙不干扰测定。平均回收率为 98.9%, RSD 值为 1.18%。

**关键词:** 参芪胶囊; 人参皂甙 R<sub>g1</sub>; 薄层扫描法

中图分类号: R284.1 文献标识码: B 文章编号: 1005-9903(2000)04-00010-03

参芪胶囊中主要由人参、黄芪等药味组成, 具有补中益气的功能。方中人参为君药, 故将人参皂甙 R<sub>g1</sub> 作为指标, 测定其含量, 以控制制剂的质量。方中同时存在黄芪皂甙, 干扰测定。我们通过控制展开条件, 使人参与黄芪中皂甙的斑点得以分开, 利于薄层扫描测定。该方法简单、准确、回收率高。

## 1 实验部分

**1.1 仪器与试剂** 鸟津 CS-9000 型双波长扫描仪(日本)、CX-100-A 超声清洗器(北京医疗设备二厂, 功率 100 瓦)。

高效硅胶 G 薄层板(10cm×20cm, 青岛海洋化工厂)、人参皂甙 R<sub>g1</sub> 对照品(中国药品生物制品检定所, 批号 0703-9610), 其他试剂均为分析纯。参芪胶囊由北京中医药大学中药研究所研制、提供。

### 1.2 含量测定<sup>[1-2]</sup>

**1.2.1 供试品溶液的制备** 取本品 20 粒, 精密称定, 倾出内容物, 混匀。精密称取 2.0g, 置索氏提取器中, 加乙醚 50ml, 回流提取至无色, 弃去乙醚液。取出滤纸筒, 待乙醚挥尽, 再加甲醇 50ml, 回流提取 5h, 回收甲醇至干, 残渣加水 15ml 溶解并转移置分液漏斗中, 用水饱和的正丁醇提取 3 次(20、20、

15ml), 合并提取液, 用正丁醇饱和的 1% 氢氧化钠溶液洗涤 3 次(20、20、10ml), 弃去碱液, 再用正丁醇饱和的水洗至中性(约 20ml)。回收正丁醇至干, 残渣加甲醇使溶解并转移置 2ml 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 即为供试品溶液。

**1.2.2 对照品溶液的制备** 精密称取人参皂甙 R<sub>g1</sub> 对照品, 加甲醇制成每 1ml 含 1.125mg, 即为对照品溶液。

**1.2.3 薄层层析与扫描条件** 吸附剂为高效硅胶 G 薄层板, 展开剂为氯仿-甲醇-水(13: 7: 2) 10℃ 以下放置过夜的下层溶液, 显色剂为 10% 硫酸乙醇溶液, 显色条件为 100℃ 烘约 5min, 显色后, 用同样大小的干净玻璃板覆盖, 并用胶布封严四周。测定波长  $\lambda_s$  为 520nm, 参比波长  $\lambda_R$  为 650nm, SX 为 3, 扫描方式为双波长反射法锯齿扫描。

**1.2.4 线性关系考察** 用定量毛细管精密吸取人参皂甙 R<sub>g1</sub> 对照品溶液 1、2、3、4、5 $\mu$ l 分别点于同一高效硅胶 G 板上, 依上述条件展开、显色、扫描, 记录峰面积。以点样量 ( $\mu$ g) 为横坐标, 峰面积均值为纵坐标, 经线性回归得方程  $Y = 19146.546x - 4307.394$ , 线性相关系数  $r$  为 0.9988。结果表明, 人参皂甙 R<sub>g1</sub> 在 1.125~5.625 $\mu$ g 范围内, 线性关系良好, 可以用外标两点法定量。

**1.2.5 提取方法选择** 精密称取胶囊内容物 2g, 分别按下述方法提取: ①即“供试品溶液制备”的方法; ②为超声提取法, 即将称定的药粉置索氏提取器中, 加乙醚 50ml, 加热回流脱脂至近无色, 弃去乙醚液。挥干药粉中残留的乙醚, 加甲醇 50ml, 超声提取 30min, 过滤。滤液回收甲醇至干。残渣加水 15ml 伸溶解, 余下步骤同①。精密吸取方法①、②所得的样品液①、②和对照品溶液, 分别交叉点于高效硅胶 G 薄层板上, 依上述条件扫描测定, 结果表明超声提取法所得样品液中人参皂甙  $R_{g1}$  的含量明显低于索氏提取法, 故确定索氏提取法作为供试品溶液的提取方法。

**1.2.6 提取时间的选择** 精密称取内容物 2g, 按索氏提取法分别回流提取 4、5、6、7h, 依上述条件扫描测定。结果表明, 索氏提取 5h, 人参皂甙  $R_{g1}$  即可提取完全, 故确定提取时间为 5h。

**1.2.7 正丁醇提取次数的选择** 乙醚脱脂后的供试品溶液, 加水饱和的正丁醇提取 5 次(20、20、15、10、10ml), 分别收集 5 次提取液, 按上述条件平行操作处理后, 扫描测定, 结果表明正丁醇提取 3 次时即可将人参皂甙  $R_{g1}$  提取完全, 故确定正丁醇的提取次数为 3 次(20、20、15ml)。

**1.2.8 氢氧化钠溶液洗除酸性物质步骤的考察** 正丁醇提取后的供试液, 加正丁醇饱和的 1% 氢氧化钠溶液提取 3 次(20、20、10ml), 三次提取液分别用水饱和正丁醇提取, 正丁醇层用正丁醇饱和的水洗至中性, 回收至干, 加甲醇溶解定容后, 按上述条件扫描测定, 结果表明, 在人参皂甙  $R_{g1}$  对照品相应斑点处无吸收, 说明碱液洗除酸性物质对人参皂甙  $R_{g1}$  的测定无影响。

**1.2.9 稳定性试验** 精密吸取供试品溶液  $2\mu\text{l}$ , 按上述条件展开、显色, 从显色 15min 起, 每隔 30min 扫描测定一次, 结果表明, 人参皂甙  $R_{g1}$  在 2.5h 内斑点峰面积值基本稳定。  $RSD=4.28\%$  ( $n=6$ )。

**1.2.10 重现性试验** 精密吸取同一批号的供试品溶液  $2\mu\text{l}$ , 共 5 份, 按上述条件扫描测定, 结果表明重现性良好,  $RSD$  值为 1.37%。

**1.2.11 精密度考察** 精密吸取同一供试品溶液  $2\mu\text{l}$ , 共 5 份, 分别点于同一薄层板上, 按上述条件扫描测定, 结果表明 5 个斑点峰面积的  $RSD$  值为 2.20%。精密吸取同一供试品溶液  $2\mu\text{l}$ , 共 5 份, 分别点于 5 块薄层板上, 按上述条件扫描测定, 结果表明, 5 块板所测人参皂甙  $R_{g1}$  含量的  $RSD$  值为 2.34%。说明同板精密度与异板精密度均达到了薄层扫描法定量的要求。

**1.2.12 回收率试验** 采用加样回收的方法, 即精密称取已知含量的胶囊内容物, 按“供试品溶液制备”方法制成样品溶液, 分别精密加入人参皂甙  $R_{g1}$  对照品溶液等量, 按上述条件扫描测定, 结果表明本方法平均回收率可达 98.9%,  $RSD$  值为 1.18% (见表 1)

表 1 回收率测定结果

样品中人参皂甙 $R_{g1}$ 的量( $\mu\text{g}$ )	添加人参皂甙 $R_{g1}$ 的量( $\mu\text{g}$ )	测出人参皂甙 $R_{g1}$ 的量( $\mu\text{g}$ )	回收率 (%) ( $n=3$ )
1.704	1.72	3.395	98.3
1.712	1.72	3.401	98.2
1.708	1.72	3.430	100.1
1.715	1.72	3.438	100.2
1.720	1.72	3.400	97.7

**1.2.13 样品测定** 用定量毛细管分别精密吸取对照品溶液  $1\mu\text{l}$ 、 $2\mu\text{l}$  和第三批样品溶液  $2\mu\text{l}$ , 按上述条件扫描测定, 用外标两点法计算人参皂甙  $R_{g1}$  的含量(结果见表 2)。

表 2 样品测定结果

批号	人参皂甙 $R_{g1}$ (mg/粒) ( $n=3$ )	$RSD$ (%)
981012	0.255	1.31
981019	0.263	1.28
981026	0.261	2.01

## 2 讨论

**2.1** 由于样品中同时有黄芪皂甙共存, 常因

环境条件的改变而干扰测定。当采用在 10℃ 以下温度放置过夜的展开剂下层溶液,并在 10℃ 以下冰箱中展开的方法后,既消除了其它皂甙的干扰,又改善了由于温度改变而造成的双前沿现象。

**2.2** 在正丁醇提取样品后,正丁醇颜色较深(尤其是复方制剂)。用氢氧化钠溶液洗涤后,颜色明显变浅,这对改善薄层板的背景很有好处。

### 参考文献:

- [1] 李青翠,钟郁葱,钟化人. 薄层扫描法测定骨刺宁胶囊中人参皂甙 Rg<sub>1</sub> 的含量[J]. 药物分析杂志, 1996, 16(5): 334.
- [2] 李玲,苏健,王宝棻. 黄芪及其复方制剂中黄芪甲甙的薄层扫描法测定[J]. 中成药, 1993, 15(6): 10.