

## 鲜三七与干三七皂苷含量的比较

马 妮, 高明菊, 曾 江, 陈中坚, 王朝梁, 崔秀明\*

(云南省文山州三七研究所, 云南 文山 663000)

三七 *Panax notoginseng* (Burk.) F. H. Chen 为五加科人参属多年生草本植物, 是我国特有的传统名贵药材。对三七的开发和使用一般是经过干燥后的干三七, 鲜三七的研究尚未有文献报道, 由于传统三七干燥过程中需打磨, 是有害物质二次污染三七的途径之一, 为了充分利用产区优势, 直接开发利用鲜三七, 开展了鲜三七与干三七皂苷含量的比较, 为鲜三七的开发提供实验依据。

皂苷是三七的主要有效成分之一, 其中人参皂苷  $R_{g1}$ 、 $R_{b1}$  的含量最高, 在现有标准中已将其作为三七品质评价的指标<sup>[1,2]</sup>, 而三七皂苷  $R_1$  是三七特有的皂苷成分, 也有较高的含量, 应将其作为三七品质评价的指标之一<sup>[3]</sup>, 在本研究中采取  $R_{g1}$ 、 $R_{b1}$ 、 $R_1$  共 3 种皂苷成分来评价三七的内在品质。

### 1 仪器与试剂

1.1 仪器: 岛津 LC-10AT<sub>vp</sub> 高效液相色谱仪, Shim-Pack VP-ODS (250 mm × 4.6 mm) 色谱柱, SPD-10A<sub>vp</sub> 紫外检测器, Class-VP 工作站控制处理, 电子分析天平 Shimadzu AX200(日本岛津), CQ-250 超声波清洗器(中船七院七二六研究所)。

1.2 试剂: 水为重蒸水, 乙腈和甲醇均为色谱纯, 单体皂苷  $R_1$ 、 $R_{g1}$ 、 $R_{b1}$  对照品均购自中国药品生物制品检定所。

1.3 药材: 8—10 月分别在云南省的文山、马关、砚山等不同地区的 9 个不同地点采样, 样品均为 3 年生三七, 每个点采集 20 株, 清洗后取主根部分干燥或直接测定。

### 2 实验方法

2.1 供试品溶液的制备: 取 9 个不同产地的部分鲜三七样品切碎, 精密称取 1.200 g, 加甲醇 10 mL, 称重, 超声提取 1 h 后浸泡 24 h, 补足损失甲醇, 0.45  $\mu$ m 滤膜滤过, 滤液作为供试品溶液; 切碎后余下的鲜三七于 40 °C 烤箱中烘干后作为干三七品, 粉碎后精密称取 0.600 g, 按上法制取供试液。

2.2 对照品溶液的制备: 精密称取经干燥恒重的三七

皂苷  $R_1$ 、人参皂苷  $R_{g1}$  和  $R_{b1}$  对照品适量, 加甲醇分别制成三七皂苷  $R_1$  0.5 mg/mL, 人参皂苷  $R_{g1}$  2.5 mg/mL, 人参皂苷  $R_{b1}$  2.5 mg/mL 的对照品溶液。

2.3 色谱条件: 色谱柱: Shim-Pack VP-ODS 反相柱(250 mm × 4.6 mm, 5  $\mu$ m), 填充剂为十八烷基硅烷键合硅胶; 乙腈(B)-水为流动相, 0—25 min (B) 由 20% ~ 40% 线性梯度洗脱, 25 min 结束后 (B) 回复至 20%, 进样前乙腈-水(20—80)应平衡 5 min, 流速为 1.0 mL/min; 检测波长为 203 nm; 柱温 40 °C; 理论板数按  $R_{g1}$  峰计算应不低于 3 000, 相连组分的分离度应符合要求; 样品进样量为 20  $\mu$ L。

2.4 线性关系: 精密吸取三七皂苷  $R_1$  对照品溶液 3, 6, 9, 12, 15, 18  $\mu$ L 进样, 按上述色谱条件测定, 以对照品质量对峰面积作回归曲线, 得  $R_1$  回归方程:  $Y = 282\,474X + 60\,808$ ,  $r = 0.999\,3$ , 线性范围为 1.5 ~ 9.0  $\mu$ g; 同法测得, 人参皂苷  $R_{g1}$  回归方程:  $Y = 282\,354X + 482\,678$ ,  $r = 0.999\,3$ , 线性范围 7.5 ~ 45  $\mu$ g;  $R_{b1}$  回归方程:  $Y = 172\,576X + 239\,848$ ,  $r = 0.999\,3$ , 线性范围为 7.5 ~ 45  $\mu$ g。

2.5 精密度试验: 取 1 号干样品, 处理配制得供试液, 连续进样 5 次, 以峰面积计算, 三七皂苷  $R_1$  的 RSD 为 1.25%; 人参皂苷  $R_{g1}$  RSD 为 1.18%; 人参皂苷  $R_{b1}$  RSD 为 1.22% ( $n = 5$ )。

2.6 稳定性试验: 取上述 1 号干样品液, 每隔 30 min 进样 1 次, 测定峰面积, 结果三七皂苷  $R_1$  RSD 为 1.30%; 人参皂苷  $R_{g1}$  RSD 为 1.23%; 人参皂苷  $R_{b1}$  RSD 为 1.27% ( $n = 5$ )。

2.7 重复性试验: 取 1 号干样品粉末, 分别称取 5 份处理配制成供试液, 按上述色谱条件测定, 结果三七皂苷  $R_1$  RSD 为 1.29%; 人参皂苷  $R_{g1}$  RSD 为 1.25%; 人参皂苷  $R_{b1}$  RSD 为 1.29% ( $n = 5$ )。

2.8 加样回收率试验: 精密称取 1 号干样品粉末 5 份, 加入三七皂苷  $R_1$ 、人参皂苷  $R_{g1}$ 、人参皂苷  $R_{b1}$  各适量, 按上述色谱条件测定。得三七皂苷  $R_1$  的平均回收率为 97.88%, RSD 为 1.41%; 人参皂苷  $R_{g1}$

\* 收稿日期: 2003-03-03

基金项目: 云南中药现代化项目资助(2002ZY-8)

\* 通讯作者 E-mail: sanqi30@hotmail.com Tel: (0876) 2141062

的平均回收率为 97.40%，RSD 为 1.33%；人参皂苷 R<sub>b1</sub> 的平均回收率为 96.91%，RSD 为 1.37%。

### 3 结果与分析

鲜三七与干三七样品单体皂苷含量的比较见表 1, 结果表明除 2 号和 3 号样品外, 其余均是鲜品的单体皂苷含量高于干品的。对 9 份样品进行统计分

表 1 鲜三七与干三七的皂苷含量 ( $\bar{x} \pm s$ )

Table 1 Fresh and dry <i>P. notoginseng</i> Saponins ( $\bar{x} \pm s$ )					
序 号	样品	三七皂苷 R <sub>1</sub> /%	人参皂苷 R <sub>g1</sub> /%	人参皂苷 R <sub>b1</sub> /%	(R <sub>1</sub> + R <sub>g1</sub> + R <sub>b1</sub> )/%
1	鲜三七	0.92±0.01	3.56±0.02	2.00±0.01	6.48±0.02
	干三七	0.56±0.04	2.46±0.03	1.66±0.03	4.68±0.02
2	鲜三七	0.56±0.00	3.42±0.01	2.83±0.01	6.80±0.01
	干三七	0.59±0.02	2.34±0.02	2.78±0.02	5.71±0.05
3	鲜三七	0.47±0.03	2.59±0.06	1.51±0.04	4.57±0.12
	干三七	0.47±0.03	2.20±0.03	1.65±0.03	4.32±0.08
4	鲜三七	0.62±0.00	4.23±0.01	2.51±0.01	7.36±0.01
	干三七	0.59±0.03	2.95±0.02	2.41±0.04	5.94±0.08
5	鲜三七	0.45±0.01	3.33±0.01	3.09±0.02	6.87±0.02
	干三七	0.30±0.03	2.44±0.04	1.91±0.01	4.65±0.06
6	鲜三七	0.85±0.01	2.72±0.04	2.30±0.01	5.87±0.05
	干三七	0.37±0.02	1.95±0.04	1.88±0.04	4.21±0.09
7	鲜三七	0.29±0.02	3.50±0.07	2.20±0.01	5.99±0.09
	干三七	0.28±0.01	1.79±0.05	1.32±0.03	3.40±0.03
8	鲜三七	0.39±0.00	3.05±0.04	2.02±0.02	5.45±0.02
	干三七	0.27±0.01	1.60±0.03	1.20±0.04	3.07±0.02
9	鲜三七	0.86±0.02	3.49±0.01	1.90±0.01	6.26±0.02
	干三七	0.31±0.04	2.14±0.03	1.53±0.00	3.99±0.01

析比较, 结果表明: 鲜三七三七皂苷 R<sub>1</sub> 平均含量为 0.60%, 干三七三七皂苷 R<sub>1</sub> 平均含量为 0.42%, 降低 30%。鲜三七人参皂苷 R<sub>g1</sub> 平均含量为 3.32%, 干三七人参皂苷 R<sub>g1</sub> 平均含量为 2.21%, 降低 33.43%。鲜三七人参皂苷 R<sub>b1</sub> 平均含量为 2.26%, 干三七人参皂苷 R<sub>b1</sub> 平均含量为 1.82%, 降低 19.74%。鲜三七在干燥过程中 R<sub>1</sub>+ R<sub>g1</sub>+ R<sub>b1</sub> 的平均含量由 6.18% 下降至 4.44%, 皂苷含量平均降低 28.16%。

### 4 讨论

4.1 测定过程中已经考虑了水分的影响, 应用干燥法分别测定鲜品与干品的含水量, 在计算含量时除去水分。

4.2 鲜三七皂苷含量比干三七的皂苷含量高, 而且 3 个单体皂苷降低程度依次为 R<sub>g1</sub>> R<sub>2</sub>> R<sub>b1</sub>, 可能是在干燥过程中受热破坏所致。

4.3 鲜三七更易加工, 应结合产区优势及鲜三七皂苷含量高的特点, 加强以鲜三七为原料的产品开发。

### References:

[1] *Ch P* (中国药典) [S]. 2000 ed. Vol . .  
 [2] *Quality Standard for Sanqi of Wenshan* (文山三七综合标准) [S]. DB53055. 1-1999.  
 [3] Cui X M, Chen Z J, Dong X, et al. Determination of single saponin in radical of *Panax notoginseng* from different region [J]. *J Chin Med Mater* (中药材), 2002, 25(11): 781-782.

## 薄层扫描法测定土荆皮药材中土荆皮乙酸含量

翟雪峰<sup>1</sup>, 张湛睿<sup>1</sup>, 李国华<sup>2</sup>, 孙文基<sup>3\*</sup>

(1. 陕西医学高等专科学校 药学系, 陕西 西安 710068; 2. 陕西省人民医院, 陕西 西安 710068; 3. 西北大学 生物医药重点实验室, 陕西 西安 710069)

土荆皮为松科植物金钱松 *Pseudolarix kaempferi* Gordon 的干燥根皮或近根树皮, 为《中华人民共和国药典》载的常用中药, 有杀虫止痒作用, 常用于疥癣瘙痒。其制剂有土荆皮酊、复方土荆皮酊、复方土荆皮涂膜剂等。因此, 对土荆皮药材进行质量监控非常必要。土荆皮的抗真菌有效成分为土荆皮酸, 为一混合物, 其中土荆皮乙酸含量最高<sup>[1]</sup>, 可将土荆皮乙酸的含量作为控制土荆皮药材质量的指标。本实验采用薄层扫描法测定了西安地区药材市场出售的土荆皮中土荆皮乙酸的含量, 建立了土荆皮药材中土荆皮乙酸含量的薄层扫描法测

定方法。

### 1 仪器与试剂

CAMAG TLC SCANNER3 薄层扫描仪(瑞士), 定量毛细管(瑞士), 土荆皮乙酸对照品(中国药品生物制品检定所), 所用试剂均为分析纯。土荆皮样品于 2000—2001 年分批购自西安药材市场与省市药材公司。

### 2 实验方法

2.1 供试品溶液制备: 精密称取药材样品粗粉 2 g, 置 50 mL 具塞三角瓶中, 加苯 20 mL, 称重, 超声提取 30 min, 补加氯仿至原重, 密封, 放置 24 h, 精密

\* 收稿日期: 2003-04-03