

薄层扫描法测定强力免疫胶囊中人参皂苷 Re 的含量

厦门中药厂(361009) 项金祥 洪天德 南淑华 关 斌

强力免疫胶囊由人参、灵芝、虫草等多味药组成,有很强的增强免疫功能作用。我们选用薄层扫描法可单独测定主药人参中人参皂苷 Re 的含量,结果准确可靠,可作为控制本品质量的指标。

1 仪器与试药

岛津 CS-910 双波长薄层扫描仪;C-EIB 型色谱数据处理机;硅胶 G(青岛海洋化工厂),人参皂苷 Re(中国药品生物制品检定所);其它试剂均为分析纯。

2 实验方法与结果

2.1 薄层层析及扫描条件:薄层层析:0.1%羧甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶 G 板,厚度 0.5 mm,110℃活化 30 min。展开剂:氯仿-甲醇-水(65:35:10)下层液,10℃以下展开,展距 13 cm。显色剂:10%硫酸乙醇溶液,105℃加热至斑点清晰。单波长直线扫描, $S_x=3$ 。

最大吸收波长选择:取样品供试液,人参皂苷 Re 对照品液及阴性对照液,点样于同一薄层板上,以上述实验条件展开,显色。对人参皂苷 Re 的相应斑点从 200~700 nm 进行扫描,得人参皂苷 Re 的最大吸收波长为 520 nm,阴性对照液无干扰。

2.2 标准曲线的绘制:精密称取适量人参皂苷 Re 对照品,用甲醇制成 1 mg/mL 对照品溶液。精密吸取 1,2,3,4,5 μL 分别点于同一薄层板上 10℃以下展开,取出晾干,测定得出人参皂苷 Re 斑点的积分值与点样量的回归方程式为: $Y=1.7122 \times 10^{-4}X - 0.1672$ 。结果表明,人参皂苷 Re 点样量在 1~5 μg 范围内与峰面积积分值呈直线关系, $r=0.9988$ 。

2.3 稳定性试验:展开后的薄层板,每隔 30 min 测定斑点面积的积分值,直至 3 h, RSD 为 3.54%,表明,3 h 内稳定。

2.4 精密度试验:同一斑点连续重复扫描测定 5 次,各次测定峰面积, $RSD=1.15\%$ 。同一板与不同

板上点同一样品,点样量相同,展开,测定结果, $RSD=3.96\%$ ($n=5$)。

2.5 样品测定:取本品内容物 1.2 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密量取加水饱和的正丁醇 25 mL 浸过夜,超声 30 min,冷却,滤过。精密吸取滤液 10 mL,置分液漏斗中,用 5%碳酸氢钠水溶液洗 4 次,弃去水液,再用正丁醇饱和的水 10 mL 洗 1 次,弃去水液。取正丁醇液置水浴蒸干,残留物加水约 4 mL 使溶解,定量转移到 D_{101} 大孔吸附树脂柱(0.9 cm $\times$ 9 cm)上,先用 20 mL 水洗涤,再用 70%乙醇 30 mL 洗脱,收集醇洗脱液置水浴上蒸干,残留物加甲醇 1 mL 定容,作为供试品溶液。吸取供试品溶液 5~7 μL ,对照品溶液 2 μL 、3 μL ,分别点于同一薄层板上,10℃以下展开,显色,测定,结果见表 1。

表 1 样品含量测定结果

批号	人参皂苷 Re 含量(%)	RSD (%, $n=3$)
970701	0.1189	3.12
970902	0.1155	3.40
971103	0.1124	2.06
980101	0.1296	1.95
980303	0.1310	1.87

2.6 回收率测定:取同一批已知含量的样品,测得 Re 平均回收率为 95.6%, RSD 为 0.92% ($n=5$)。

3 小结

3.1 本品所含皂苷成分复杂,干扰较大,我们采用大孔吸附树脂分离,除去杂质干扰,方法简单,收到较好的效果。

3.2 本法薄层色谱宜在 10℃以下展开,可提高方法的准确性和重现性。

(1999-02-30 收稿)

欢迎投稿

欢迎订阅