

高效液相法测定降糖宁胶囊中人参皂苷 Rb₁ 的含量

杜安全*, 周正华

(安徽省医学科学研究所, 安徽 合肥 230061)

[摘要] 目的: 用高效液相法测定降糖宁胶囊中人参皂苷 Rb₁ 的含量。方法: 采用 Hypersil C₁₈ 柱(4.6 × 250 mm, 5 μm), 流动相: 乙腈-0.05% 磷酸(31: 69), 检测波长 203 nm。结果: 平均加样回收率为 98.6%, RSD= 0.61%。结论: 方法简便、快速、灵敏、专属性强, 数据准确, 为降糖宁胶囊的质量控制提供了科学有效的方法。

[关键词] 降糖宁胶囊; 人参皂苷 Rb₁; 高效液相法

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** B **[文章编号]** 1005-9903(2007)03-0014-02

降糖宁胶囊是由人参、黄芪和山药等 13 味中药组成, 具有益气、养阴、生津。用于糖尿病属于气阴两虚者。为了控制产品质量, 保证临床用药的有效性, 参照中国药典 2000 版一部“人参”项下的含量测定方法^[1], 经试验制订了本品的含量测定方法, 采用 HPLC 法测定人参皂苷 Rb₁ 的含量, 此方法灵敏度高, 操作简便, 结果准确。

1 仪器与试剂

美国 Waters 高效液相色谱仪, UV996 检测器。人参皂苷 Rb₁ 对照品购自中国药品生物制品检定所, 乙腈为色谱纯, 水为重蒸水, 其余试剂均为分析纯。降糖宁胶囊由药厂提供(批号: 20040720, 20040721, 20040722)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱为十八烷基硅烷键合硅胶柱(4.6 × 250 mm), 流动相乙腈-0.05% 磷酸(31: 69), 检测波长 203 nm。流速 1.0 mL/min, 柱温 35 ℃。

2.2 对照品溶液的制备 精密称取人参皂苷 Rb₁

[收稿日期] 2006-06-02

[通讯作者] * 杜安全, Tel: (0551) 2828461; E-mail: duanquan2003@yahoo.com

对照品 1.5 mg, 置 5 mL 量瓶中, 加稀乙醇溶解, 稀释至刻度, 摇匀即得(每 1 mL 中含人参皂苷 Rb₁ 300 μg)。

2.3 供试品溶液的制备 本品内容物适量, 研细, 取约 4.0 g, 精密称定, 置索氏提取器中, 以氯仿 40 ml 水浴提取 3 h, 弃去氯仿液, 药渣挥干溶剂, 再用甲醇 60 mL 提取 5 h, 提取液回收甲醇至干。残渣加水 50 mL 使溶解, 加水饱和的正丁醇提取 4 次, 每次 40 mL, 合并正丁醇提取液, 加正丁醇饱和的氨试液提取 3 次, 每次 30 mL; 弃去氨液, 正丁醇液以正丁醇饱和的水提取 2 次, 每次 30 mL; 弃去水液, 正丁醇液蒸干。残渣加甲醇溶解并转移至 10 mL 量瓶中, 加甲醇至刻度, 即得供试品溶液。

2.4 阴性样品溶液的制备 取不含人参的阴性制剂, 按 2.3 项制备阴性试液, 以上述色谱条件测定。结果阴性试液与 人参皂苷 Rb₁ 保留时间处, 无色谱峰出现。

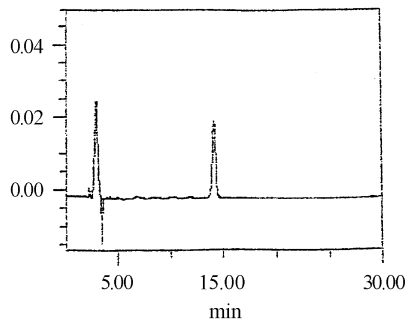


图1 对照品色谱图

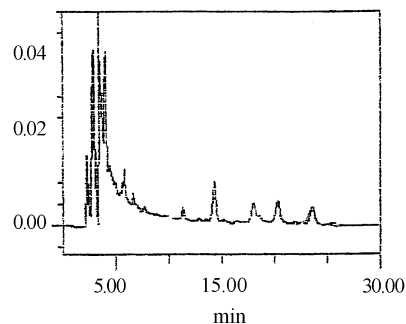


图2 供试品色谱图

2.5 线性考察试验 精密吸取对照品溶液(0.075 824 mg/mL) 2、4、6、8、10 μL, 注入液相色谱仪, 按上述色谱条件进行测定, 记录峰面积, 结果 $A = 45\ 361 + 121\ 814 C$, $r = 0.999\ 0$; 线性范围: 0.658 84 μg- 3.294 2 μg。

2.6 精密度试验 取同一对照品溶液, 连续进样 5 次, 每次 10 μL, 测定峰面积, 其相对标准偏差 RSD= 0.92%, 试验表明本实验精密度较好。

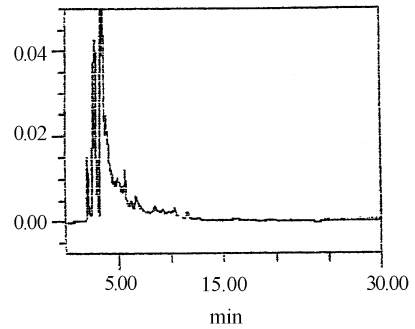


图3 阴性对照色谱图

2.7 重复性试验 取同一批样品, 分别制备 6 份供试品溶液, 按上述色谱条件测定人参皂苷 Rb₁ 含量, 其中相对标准偏差 RSD= 2.16%, 实验表明本法重现性较好。

2.8 稳定性试验 取同一份供试品溶液, 分别与 0.4、8.12、24 h 进样 10 μL, 记录色谱峰面积, 结果表面人参皂苷 Rb₁ 在供试品溶液中 24 h 内稳定, RSD= 1.31%。

2.9 加样回收试验 采用加样回收法, 精密称取已知含量的同批样品 5 份(平均为 0.72 mg/g), 分别精密加入人参皂苷 Rb₁ 对照品适量, 振摇, 使充分混匀, 按上述含量测定方法测定人参皂苷 Rb₁ 含量, 结果见表 1。

表1 人参皂苷 Rb₁ 回收率测定结果表

编号	样品原有量 (mg)	加入对照品量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	\bar{x}	RSD (%)
1	1.089 6	0.954 1	2.028 4	98.4	98.6%	0.61
2	1.306 4	1.383 1	2.664 6	98.2		
3	1.209 2	1.142 5	2.341 4	99.1		
4	1.188 3	1.075 3	2.256 1	99.3		
5	1.238 9	1.269 7	2.481 9	97.9		

3 样品的含量测定

三批样品按上述含量测定方法测定, 含量分别为 0.127, 0.122, 0.132(mg/粒)。

4 讨论

本方法供试品溶液的制备先以氯仿去除脂溶性较强的杂质, 以水饱和的正丁醇萃取人参皂苷类成分, 再用正丁醇饱和的氨试液尽可能多地去除杂质干扰, 便于分析。用 HPLC 法测定人参皂苷类含量, 其流动相的精确比例十分重要, 稍微改变往往导致主峰大范围移动, 就可能出现阴性干扰的情况, 所以在测定时要特别注意。由于本品中测定 Rg₁ 时阴性干扰无法排除, 所以只好测定 Rb₁, 该含量测定方法快速、准确, 可为本品质量控制提供依据。

[参考文献]

[1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 一部, 北京: 化学工业出版社, 2000. 6