

HPLC 法测定参芪固本胶囊中人参皂苷 Rg₁、Re 的含量

金日显¹, 郭春燕¹, 刘淑芝¹, 熊野娟², 张春光³, 王汉斌³

(1 中国中医研究院中药研究所, 北京 100700; 2 上海市医药卫生学校, 上海 200135;

3 北京琥珀光华医药科技开发有限公司, 北京 100086)

摘要: 目的: 建立同时测定参芪固本胶囊中人参皂苷 Rg₁、Re 含量的方法。方法: 采用 HPLC 法, Zorbax C₁₈ (4.6 mm × 250mm) 色谱分析柱; 流动相: 乙腈-水 (20: 80); 检测波长 202nm。结果: 人参皂苷 Rg₁ 的含量测定线性范围为 0.42~ 3.78μg, 平均回收率 97.7%, RSD 为 1.63%。人参皂苷 Re 线性范围为 0.46~ 4.14μg, 平均回收率 99.8%, RSD 为 1.96%。结论: 方法可靠, 简单可行, 为建立参芪固本胶囊的质量标准提供了科学依据。

关键词: 参芪固本胶囊; 人参皂苷 Rg₁; 人参皂苷 Re; 高效液相色谱法

中图分类号: R284.1 **文献标识码:** B **文章编号:** 1005-9903(2004)06-0022-02

参芪固本胶囊为北京琥珀光华医药科技开发有限公司开发的中药新药, 由人参、黄芪等九味中药组成。具有补气, 养血, 安神的功效, 用于心气虚寒, 神疲体倦等症。人参为方中君药, 其中人参皂苷的含量测定方法文献报道较多。本文对中国药典 2000 年版一部“人参”项下的高效液相色谱条件进行调整^[1], 同时测定了本品中人参皂苷 Rg₁、Re 的含量, 为控制本品的内在质量提供了实验依据。

1 仪器与试剂

HEWLETT PACKARD 1100 型高效液相色谱仪, G1322A On-Line Vacuum Degasser, G1311A Quat Pump, G1313A ALS, G1316A Colcomp, G1315A DAD, Agilent Chemstation。Zorbax C₁₈ (250mm × 4.6mm 5μ) 色谱柱; 人参皂苷 Rg₁、Re 对照品(购于中国药品生物制品检定所, 批号: 10703-200221、754-200115); 参芪固本胶囊(自制)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 Zorbax C₁₈ (250mm × 4.6mm 5μ) 色谱分析柱, 乙腈-水 (20: 80) 为流动相; 检测波长为 202nm, 理论板数按人参皂苷 Rg₁ 峰计算应不低于 2500。图 1。

2.2 对照品溶液的制备 分别精密称取人参皂苷 Rg₁、Re 对照品 4.2mg、4.6mg, 置 10mL 量瓶中, 加甲醇溶解, 并稀释至刻度, 摇匀, 作为对照品溶液。

2.3 供试品溶液的制备 取本品 50mg, 以适量水溶解, 加醋酸乙酯萃取 3 次, 每次 20mL, 弃去醋酸乙

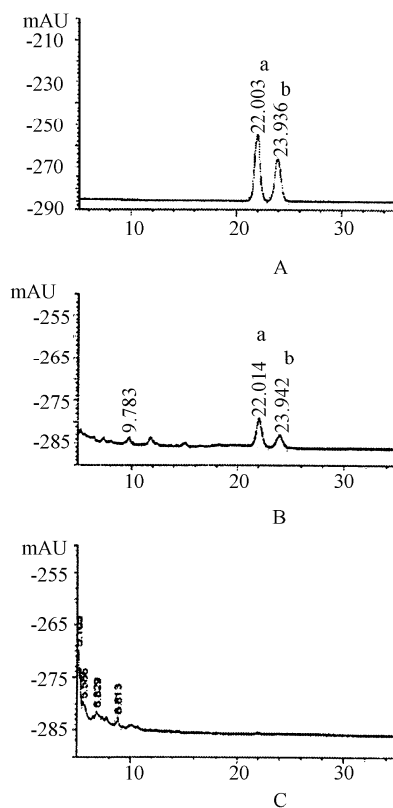


图 1 参芪固本胶囊高效液相色谱图

A. 人参皂苷 Rg₁ (a)、Re (b) 对照品; B. 样品; C. 阴性样品

酯, 水层以水饱和正丁醇萃取 3 次, 每次 20mL, 合并正丁醇层, 蒸干, 残渣加甲醇溶解并转移到 10mL 量瓶中, 以甲醇定容, 作为供试品溶液。

2.4 阴性样品的制备 按处方量制备不含人参药材的阴性样品, 按 2.3 项下制备阴性样品溶液。

2.5 空白试验 分别精密吸取对照品溶液、供试品溶液、阴性样品溶液各 10μL, 注入液相色谱仪中, 按上述条件测定, 结果表明, 阴性样品溶液色谱图中与

对照品相同保留时间位置处无干扰。

2.6 线性范围的测定 精密吸取对照品溶液 1.3、5.7、9mL, 加甲醇稀释至 10mL, 按 2.1 项下色谱条件测定, 以进样量(μg)为横坐标, 峰面积积分值为纵坐标, 绘制标准曲线, 得回归方程。人参皂苷 Rg_1 : $Y = 375642X + 1327.6$, $r = 0.9997$, 线性范围为 0.42~3.78 μg 。人参皂苷 Re: $Y = 345621X + 1220.6$, $r = 0.9998$, 线性范围为 0.46~4.14 μg 。

2.7 精密度试验 按 2.3 项下方法制备供试品溶液 1 份, 精密吸取 10 μL , 重复进样 6 次, 依法测定, 人参皂苷 Rg_1 、Re 的 RSD 分别为 1.65% 和 1.87%, 表明精密度良好。

2.8 稳定性试验 按 2.3 项下方法制备供试品溶液 1 份, 精密吸取此溶液 10 μL , 分别在 0, 1, 2, 4, 6, 8, 12h 内测定, 结果人参皂苷 Rg_1 、Re 的 RSD 分别为 1.32% 和 1.69%。表明稳定性良好。

2.9 重复性试验 按 2.3 项下方法分别制备 5 份供试液, 同法进行测定, 人参皂苷 Rg_1 、Re 的 RSD 分别为 1.95% 和 1.63%, 表明重现性良好。

2.10 回收率试验 在已知含量的样品中, 定量加入人参皂苷对照品, 依法测定。结果人参皂苷 Rg_1 的平均回收率为 97.8%, RSD= 1.78%, 人参皂苷 Re 的平均回收率为 98.4%, RSD= 0.95%, 结果见表 1~2。

表 1 人参皂苷 Rg_1 回收率测定结果

No	原有量 (mg)	加入对照品量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	平均值 (%)	RSD (%)
1	1.37	1.11	2.46	99.2		
2	1.13	1.35	2.42	97.6		
3	1.36	1.12	2.36	95.2	97.8	1.78
4	1.29	1.19	2.42	97.6		
5	1.25	1.23	2.47	99.6		

表 2 人参皂苷 Re 回收率测定结果

No	原有量 (mg)	加入对照品量 (mg)	测得量 (mg)	回收率 (%)	平均值 (%)	RSD (%)
1	1.015	2.26	2.23	98.0		
2	1.002	1.14	2.12	99.0		
3	0.987	1.16	2.14	99.7	98.4	0.95
4	0.991	1.21	2.15	97.7		
5	0.995	1.15	2.09	97.4		

2.11 样品测定 吸取供试品溶液及对照品溶液各 10 μL , 进样测定。依法测定三批样品, 结果见表 3。

表 3 样品中人参皂苷含量

批号	人参皂苷 Rg_1		人参皂苷 Re	
	含量 (mg/粒)	RSD (%)	含量 (mg/粒)	RSD (%)
020109	6.54	1.29	4.98	1.87
020111	6.32	1.65	4.87	2.05
020113	6.48	2.01	4.65	1.96

3 讨论

供试品溶液的制备采用水饱和正丁醇萃取人参皂苷类成分, 较好地排除了处方中其它成分对含量测定的干扰。

流动相的选择曾采用 2000 年版一部人参 HPLC 含测项下所用的流动相, 但因本制剂为中药复方, 干扰因素较多, 用此流动相分离效果较差。经调整可使人参皂苷 Rg_1 与相邻峰分离较好。

参考文献:

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 北京: 化学工业出版社, 2000. 一部, 402.