

HPLC 法测定通栓冻干粉针中人参皂苷 Rb₃ 的含量

王隶书¹, 李 阳², 程东岩¹

(1 吉林省中医中药研究院, 吉林 长春 130021;

2 吉林工业大学医院, 吉林 长春 130022)

摘要:目的: 建立通栓冻干粉针中人参皂苷 Rb₃ 的含量测定方法。方法: HPLC 法, 流动相: 乙腈-水(32: 68), 检测波长 203nm。结果: 人参皂苷 Rb₃ 含量测定线性范围为 0.76~ 7.6μg, 平均回收率 99.3%, RSD 为 2.48%。结论: 方法可靠, 简单可行, 为建立通栓粉针的质量标准提供了科学依据。

关键词: 通栓粉针; 人参皂苷 Rb₃; 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(2005)03-0011-02

通栓粉针是从三七叶中提取有效部位而制得的供静脉滴注用冻干粉针剂, 具活血化瘀, 通经活络之功效, 主治中风病(脑血栓)中经络瘀血痹阻脉络证。人参皂苷 Rb₃ 为其中主要有效成分之一, 并与本品功能主治相吻合, 为有效地控制其内在质量, 我们以高效液相色谱法测定了人参皂苷 Rb₃ 的含量。

1 仪器与试剂

Waters 600 高效液相色谱仪, 486 紫外分光检测器; 日立 U-3400 型分光光度计; 人参皂苷 Rb₃ 对照品, 自制, 以 HPLC 归一化法测定纯度 99.29%; 通栓

粉针, 本院新药中心制备; 所用试剂乙腈为色谱纯, 其它试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件的确定 经筛选, 本实验人参皂苷 Rb₃ 高效液相色谱分析条件为: ODS-C₁₈ 柱, 以乙腈-水(32: 68) 为流动相, 柱温 40℃, 检测波长 203nm。对照品、样品及甲醇溶剂(因通栓冻干粉针中未加任何辅料, 故无阴性液)HPLC 分析图谱见图 1。

2.2 对照品溶液的制备 精密称取人参皂苷 Rb₃ 对照品, 加甲醇制成每 1mL 含 0.38mg 的溶液, 作为对照品溶液。

2.3 供试品溶液的制备 取本品装量差异检查项下的内容粉末 25mg, 精密称定, 加水 10mL 使溶解, 以水饱和正丁醇萃取 3 次, 每次 10mL, 合并正丁醇

收稿日期: 2004-03-08

通讯作者: 王隶书, Tel: (0431) 6816856, E-mail: WLS6856@163.

com

液,以正丁醇饱和的氨试液洗 2 次,每次 10mL,再以正丁醇饱和的水 10mL 洗 1 次,合并正丁醇液,蒸干,残渣加甲醇使溶解,定量转移至 10mL 量瓶中,以甲醇稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液。

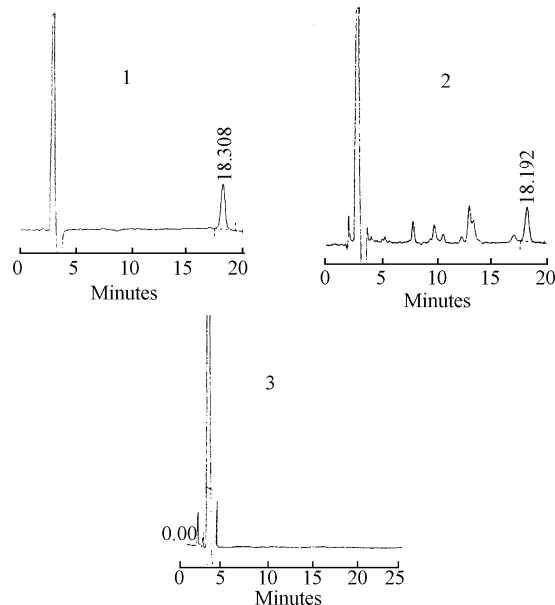


图 1 通栓粉针中人参皂苷 Rb₃ 高效液相色谱分析图

1. 人参皂苷 Rb₃ 对照品 2. 通栓粉针 3. 甲醇液

2.4 线性关系的考察 精密吸取对照品溶液(2.4、8.10、12、20) μL,按 2.1 项下色谱条件进样测定,以进样量(μg)为横坐标,峰面积为纵坐标绘制标准曲线,回归方程: $Y = -11421.6 + 81687.18X$, $r = 0.9994$ 。说明人参皂苷 Rb₃ 在 0.76μg~7.6μg 之间线性关系良好。

2.5 精密度试验及供试品溶液稳定性实验 对同一供试品溶液,重复进样测定 5 次,(每次间隔 30min),结果 RSD=1.4% ($n=5$),表明供试液在 5h 内稳定性好,且精密度较好。

2.6 重复性实验 分别称取本品同一批号样品 5 份,依法制备 5 份供试品溶液,进行 5 次独立测定,结果 RSD=2.3% ($n=5$),说明本方法重复性良好。

2.7 回收率实验 在已知含量的样品粉末中,定量加入一定量的人参皂苷 Rb₃ 对照品,依法操作,进样测定,结果见表 1。

表 1 人参皂苷 Rb₃ 回收率测定结果

编号	样品称量(mg)	样品原有量(mg)	加入对照品量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)	\bar{X}	RSD(%)
1	25.06	2.46	2.39	4.76	96.2		
2	25.73	2.52	2.68	5.26	102.2		
3	25.48	2.50	2.53	5.03	100.0	99.3	2.48
4	24.95	2.37	2.31	4.62	97.4		
5	25.22	2.47	2.46	4.95	100.8		

本方法平均回收率 99.3%,RSD=2.48%,说明本方法回收率良好。

2.8 样品的含量测定 分别吸取供试品溶液及对照品溶液各 10μL,按前述色谱条件进样测定,计算含量。依法测定 5 批样品,结果如表 2。

表 2 通栓粉针中人参皂苷 Rb₃ 的测定结果($n=3$)

样品编号	人参皂苷 Rb ₃ (%)	RSD(%)
020304	9.11	1.66
020308	8.78	1.38
020403	9.66	1.06
020409	9.01	1.54
020608	8.24	1.89

3 讨论

由于本品有效部位中含有部分黄酮类成分,对 HPLC 测定有较大干扰,采用样品水溶,水饱和正丁醇萃取,以正丁醇饱和的氨试液及水洗的方法,很好地排除了杂质对测定的干扰,且加样回收率 99.3%,重复性好。

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. 121.