

# HPLC 测定清脑口服液中人参皂苷 R<sub>g1</sub> 的含量

王隶书, 程东岩, 吕 咏  
(吉林省中医中药研究院, 吉林 长春 130021)

**摘要:** 目的: 建立清脑口服液中人参皂苷 R<sub>g1</sub> 的含量测定方法。方法: HPLC 法, Zorbax C<sub>18</sub> (4.6mm × 250mm) 色谱分析柱; 流动相: 乙腈-0.4 磷酸水溶液 (19: 81), 检测波长 205nm。结果: 人参皂苷 R<sub>g1</sub> 含量测定线性范围为 0.32~ 3.25μg, 平均回收率 100.8%, RSD 为 2.43%。结论: 方法可靠, 简单可行, 为建立清脑口服液的质量标准提供了科学依据。

**关键词:** 清脑口服液; 人参皂苷 R<sub>g1</sub>; 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(2003)06-0007-02

## Content Determination of Ginsenosides R<sub>g1</sub> of Qingnao Oral Liquid by HPLC

WANG Li-shu, CHENG Dong-yan, LÜ Yong

(Academy of Traditional Chinese Medicine and Materia Medica of Jilin Province, Changchun 130021, China)

**Abstract:** Object: To set up the method of content determination of ginsenosides R<sub>g1</sub> in Qingnao oral liquid. Methods: HPLC, mobile phase: Acetonitrile-0.4% H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> solution (19: 81), detection wavelength: 205nm. Results: The standard curve was linear in the range of 0.32~ 3.52μg. The average recovery rate and RSD were 100.8% and 2.39%. Conclusion: This method is accurate, reliable and provides a scientific index for controlling the qualities of Qingnao oral liquid.

**Key words:** Qingnao oral liquid; ginsenosides R<sub>g1</sub>; HPLC

清脑口服液为由人参等七味中药组成的口服液, 具有益气滋阴, 养血安神, 清心除烦的功效。用于失眠多梦, 心烦不寐, 神疲体倦等症。人参为方中君药, 其中单体人参皂苷的含量测定方法文献报道较多, 但色谱条件均不适合本处方中人参皂苷的含量测定。经多次筛选, 我们对中国药典 2000 年版一部“人参”项下的高效液相色谱条件<sup>[1]</sup>进行调整, 较好地采用 HPLC 法测定了本品中人参皂苷 R<sub>g1</sub> 的含量, 为控制本品的内在质量提供了科学依据。

### 1 仪器与试剂

Waters 600E 高效液相色谱仪, 2487 双波长紫外检测器, Zorbax C<sub>18</sub> (4.6mm × 250mm) 色谱分析柱; 人参皂苷 R<sub>g1</sub> 对照品 (购于中国药品生物制品检定所); 清脑口服液 (自制)。

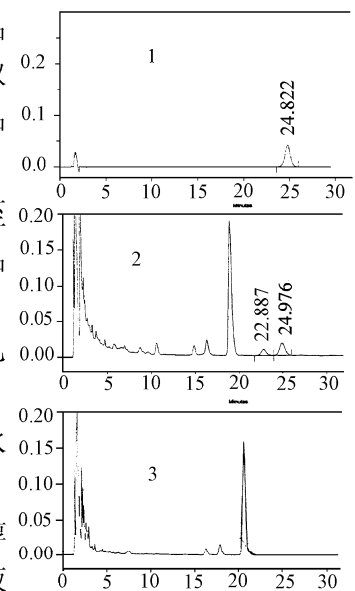
### 2 实验方法及结果

**2.1 色谱条件** Zorbax C<sub>18</sub> (4.6mm × 250mm) 色谱分析柱, 乙腈-0.4% 磷酸水溶液 (19: 81) 为流动相; 检测波长为 205nm, 理论板数按人参皂苷 R<sub>g1</sub> 峰计算应不低于 2500。具体 HPLC 分析图谱见图 1。

**2.2 对照品与供试品溶液的制备** 精密称取人参皂苷 R<sub>g1</sub> 对照品 3.2mg 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。

取本品 20ml, 以乙醚萃取二次, 每次 20ml, 弃去乙醚液, 水层以水饱和正丁醇萃取 3 次, 每次 20ml, 合并正丁醇层, 以 1% 氢氧化钠溶液洗涤二次, 每次 20ml, 弃去氢氧化钠液, 以正丁醇饱和的水 15ml 洗涤一次, 弃去水液, 正丁醇层蒸干, 残渣加甲醇定量转移至 5ml 量瓶中, 以甲醇定容, 摇匀, 作为供试品溶液。

**2.3 线性关系考察** 精密吸取对照品溶液 1.3.5、



1. 人参皂苷 R<sub>g1</sub> 对照品; 2. 清脑口服液; 3. 阴性液

图 1 清脑口服液中人参皂苷 R<sub>g1</sub> 的高效液相色谱分析图

7.9.11 $\mu$ l,按2.1项下色谱条件测定,以进样量( $\mu$ g)为横坐标,峰面积积分为纵坐标,绘制标准曲线,回归方程  $Y = -12202.6 + 356321.9X$ ,  $r = 0.9999$ ,线性范围为0.32~3.52 $\mu$ g。

**2.4 精密度及供试液稳定性的考察** 按2.2项下方法制备供试品溶液1份,精密吸取此溶液10 $\mu$ l,间隔0.5h进样一次,重复进样6次,依法测定,  $RSD$  为0.6%,因6次测定在8h内完成,说明供试液在8h内稳定性良好。

**2.5 重现性的考察** 分别吸取本品同一批号样品20ml 5份,按2.2项下方法制备5份供试液,同法进行测定,  $RSD$  为1.18%,表明重现性良好。

表1 人参皂苷  $R_{g_1}$  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 (%)
1	0.981	1.16	2.13	99.1
2	0.981	1.16	2.12	98.2
3	0.981	1.16	2.14	99.9
4	0.981	1.16	2.18	103.4
5	0.981	1.16	2.18	103.4

**2.6 回收率的考察** 在已知含量的样品中,定量加入一定量的人参皂苷  $R_{g_1}$  对照品,依样品测定2.7项下测定方法操作,进样测定,结果平均回收率为100.8%,  $RSD = 2.43\%$ ,见表1。

由结果可知,本法回收率良好。

**2.7 样品的测定** 吸取供试品溶液及对照品溶液各10 $\mu$ l,进样测定。依法测定三批样品,结果为:0.049mg/ml ( $n = 5$ ,  $RSD = 2.32\%$ ); 0.042mg/ml ( $n = 5$ ,  $RSD = 2.61\%$ ); 0.045mg/ml ( $n = 5$ ,  $RSD = 2.63\%$ )。

### 3 讨论

**3.1 供试品溶液的制备** 采用乙醚脱脂,水饱和正丁醇萃取人参皂苷类成分,以1%氢氧化钠溶液洗涤,较好地排除了处方中黄酮、蒽醌类及其它成分对含量测定的干扰,曾采用氨试液洗涤,但效果欠佳。

**3.2 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。经调整磷酸浓度,分离效果较好。

### 参考文献:

[1] 中华人民共和国药典[S].一部.北京:化学工业出版社,2000.121.