维他参冲剂中人参皂苷 Re 的含量测定

许　丹[1], 候凤飞[1], 段广珍[2]
(1. 辽宁中医学院 中药系, 辽宁 沈阳　110032; 2. 鞍山市第一中药厂, 辽宁 鞍山　140056)

摘要: 采用高效液相色谱法测定维他参冲剂中人参 Re 的含量, 制定该药品的质量控制标准。

关键词: 维他参冲剂; 人参 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(2003)04-0018-02

维他参冲剂由人参、山楂等药味组成, 具有健脾益气, 养心安神的功效。用于心脾两虚之神疲乏力、心悸、懒言、气短、食欲不振、食少、腹胀便溏等症。人参作为君药, 其质量和在成品中的含量直接影响药品的质量, 因此, 本文采用高效液相色谱法测定了其人参皂苷 Re 的含量, 为其质量控制提供了可靠依据。本方法具有专属性强, 方法简单, 重现性好, 分析速度快的特点, 可以用于生产中的质量检验。

1　仪器与材料

仪器: 日本岛津 LC-10A 高效液相色谱仪, SPD-10A 检测器, SIL-10A 自动进样器; 人参皂苷 Re(供含量测定用, 批号: 0754-9507) 购于中国生物制品鉴定所; 乙腈为色谱纯, 水为重蒸馏水, 其他试剂均为分析纯; 维他参冲剂由鞍山第一制药厂提供。

2　方法与结果

2.1　色谱条件　色谱柱: 日本岛津-ODS 柱(46mm × 150mm); 流动相: 乙腈 - 0.025mol/L 磷酸(95∶400); 检测波长为 203nm; 流速 1.0ml/min; 柱温: 25 ℃; 测定时间间隔 45min。

2.2　回归方程及线性范围　精密称取人参皂苷 Re 对照品 9.52mg, 置 25ml 量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀。制成每 1ml 含 0.3808mg 的对照品溶液, 分别精密吸取对照品溶液 2、4、6、8、10μl, 分别注入高效液相色谱仪中, 按上述色谱条件在 203nm 波长处, 测定色谱峰积分面积, 结果见表 1。

表 1　线性范围考察

对照品进样量 μl	2.0	4.0	6.0	8.0	10.0
μg	0.7616	1.5232	2.2848	3.0464	3.8080
色谱峰面积	246625	518204	755205	1018493	1231668

以进样量为横坐标, 以色谱峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线, 经回归分析, 回归方程为: $y = 324366.46x + 1292615$, $r = 0.9993$, 由此可见, 人参皂苷 Re 进样量在 0.7616~3.8080μg 范围内线性关系良好。

2.3　阴性对照试验　按处方比例制备缺人参的制剂, 按样品测定方法制备阴性对照液。精密吸取对照品溶液, 供试品溶液与阴性对照溶液各 10μl, 注入液相色谱仪中, 按上述色谱条件测定, 绘制液相色谱图。色谱图提示, 在与对照品色谱峰相应的位置上, 供试品溶液具有相同保留时间的色谱峰, 阴性对照液在此位置无色谱峰。

2.4　稳定性试验　精密称取本品 10g, (批号 011009) 按本品[含量测定] 项下方法操作, 制成供试品溶液。精密吸取供试品溶液 5μl, 按 0、1、2、3、4h 时间间隔进样分析, 测定色谱峰面积, 测定结果见表 2。

表 2　稳定性试验考察

时间(小时)	0	1	2	3	4	*X*	*RSD*%
色谱峰面积	401539	404402	400370	397162	410380	402770.6	1.2

测定结果提示, 供试品溶液制备后 4h 以内测定, 人参皂苷色谱峰面积无明显变化, 说明在此期间内测定, 供试品溶液化学性质稳定。

2.5　精密度试验　精密吸取同一供试品溶液 10μl (批号 011009), 按正文[含量测定] 项下色谱条件, 连续进样 6 次, 测定色谱峰面积, 测定结果见表 3。

表 3　精密度试验考察

测定次数	1	2	3	4	5	6	*X*	*RSD*%
色谱峰面积	606299	600621	609543	617995	594490	616374	607553.7	1.5

测定结果表明, 仪器精密度试验良好。

2.6　重现性试验　精密称取六份批号为 011112 样品, 分别按正文[含量测定] 项下方法操作, 测定结果见表 4。

收稿日期: 2003-04-09

表 4 重现性试验考察

序号	1	2	3	4	5	X	RSD%
人参皂苷 Re 含量(mg)	0.153	0.152	0.158	0.157	0.154	0.154	1.7

上述试验结果表明, 本品测定方法的重现性良好。

2.7 回收率试验 精密称取已知样品含量的样品(批号 011009, 含量 0.10mg/g) 5g, 加入对照品 4ml (0.2196mg/ml), 按样品测定方法操作, 结果见表 5。平均回收率为 98.2%, *RSD* = 1.1%。

表 5 回收率试验考察结果

序号	称取样品量(g)	样品含黄芩甙量(mg)	对照品加入量(mg)	实测黄芩甙量(mg)	回收率 %	X %	RSD %
1	5.5741	0.557	0.8784	1.422	98.5		
2	5.5934	0.559	0.8784	1.427	98.8		
3	5.7033	0.570	0.8784	1.425	97.3	98.16	1.1
4	5.2848	0.528	0.8784	1.378	96.8		
5	8.0849	0.808	0.8784	1.681	99.4		

2.8 样品含量测定 对照品溶液的制备: 精密称取人参皂苷 Re 对照品 9.52mg, 置 25ml 量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 制成每 1ml 含 0.3808mg 的溶液, 作为对照品溶液。

供试品溶液的制备: 取本品适量, 研细, 精密称取 10g, 置索氏提取器中, 加氯仿 100ml, 加热回流 3h. 弃去氯仿液. 药渣挥去氯仿. 连同滤纸筒移至 250ml 具塞锥形瓶中, 加甲醇 200ml 超声处理 30min, 滤过, 滤液挥去甲醇, 残渣加水 30ml 使溶解, 加入水饱和的正丁醇振摇提取 3 次, 每次 50ml, 合并正丁醇提取液, 加氨试液提取 2 次, 每次 50ml, 弃去氨液, 正丁醇液水浴蒸干, 残渣加甲醇溶解并转移至 5ml 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 取上清液经微孔滤膜(0.45μm) 滤过, 收集续滤液作为供试品溶液。精密吸取上述对照品溶液 5μl 与供试品溶液 5μl 或 10μl, 注入高效液相色谱仪中, 测定色谱峰面积, 计算含量, 即得。

按含量测定方法项下操作, 测定 10 批样品中人参皂苷 Re 含量, 测定结果见表 6。

根据 10 批样品含量测定结果, 本品含人参按人参皂苷 Re 计, 暂定为每 1g 不得低于 0.05mg。按中国药典规定的人参药材含量计算, 制剂中人参皂苷 Re 的转化率合格。

表 6 样品中人参皂苷 Re 含量测定

批号	人参皂苷 Re 含量(mg/g)
010823	0.15
010828	0.18
011009	0.10
011012	0.14
011015	0.05
011020	0.13
011025	0.14
011027	0.16
011104	0.09
011108	0.06

3 分析

由于本品中人参为贵重药材, 其中的人参皂苷 Re 为中国药典 2000 年版一部收载的对照品, 因此, 质量标准含量测定项下选用样品中人参皂甙 Re 的含量作为定量指标。经多次平行试验, 参考中国药典 2000 年版一部 121 页红参[含量测定]项下方法[1], 采用乙腈-磷酸系统[2,3], 筛选了乙腈–0.025mol/L 磷酸(110∶400)、乙腈–0.025mol/L 磷酸(99∶400)、乙腈–0.025mol/L 磷酸(95∶400)、乙腈–0.025mol/L 磷酸(90∶400) 多种比例, 其中乙腈–0.025mol/L 磷酸(95∶400) 分离效果均较理想, 因此选用乙腈–0.025mol/L 磷酸(95∶400) 溶剂系统, 在此色谱条件下, 供试品中人参皂苷 Re 与其他组分分离度较好, 加样回收率 98.2%, 阴性液无干扰, 因此本品的定量方法确定为以高效液相色谱法测定人参皂苷 Re 的含量。

4 结论

本高效液相色谱法测定维他参中人参皂苷 Re 的含量具有稳定性好, 专属性强, 重现性好的特点, 现行的含量测定方法可以作为本制剂的含量控制指标。

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.

[2] 陈丽云, 贾强, 彭维, 等. 参维灵片中人参皂苷 Rb1 和维生素 B6 的含量测定[J]. 中药材, 2002, 25(9): 662.

[3] 郑虎占, 董泽宏, 余靖. 中药现代化研究与应用[M]. 北京: 学苑出版社, 1997. 119.