

# RP-HPLC 法测定安康胶囊中人参皂苷 Rg1 的含量

★ 刘春祥 (江西省食品药品监督管理局培训中心 南昌 330046)

★ 袁桂平 (江西省食品药品检验所 南昌 330046)

关键词: HPLC 法; 人参皂苷 Rg1; 安康胶囊

中图分类号: TQ 460.7 文献标识码: B

安康胶囊由《中华人民共和国药品标准·中药成方制剂》第十五册中“安康颗粒”改剂而成,其处方以红参、银耳、当归、山药、猪脊髓、鹿茸、山楂六味药材组成,红参属君药,它的主要有效成分为人参皂苷类成分,故以人参皂苷的含量作为含量研究指标,测定成品中人参皂苷 Rg1 的总量,以确定安康胶囊中有效成分的含量,用于控制生产工艺和成品的质量。

## 1 仪器、药品与试剂

Agilent1100 高效液相色谱仪,包括四元低压梯度泵系列,在线脱气机,全自动进样器,化学工作站,二极管阵列检测器。

人参皂苷 Rg1 为中国药品生物制品检定所提供,批号为 0703-200221。

甲醇为色谱纯,水为超纯水,其它试剂均为分析纯。

## 2 含量测定

2.1 色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;乙腈-0.1%磷酸溶液(25:75)为流动相;检测波长为 203 nm。理论板数按人参皂苷 Rg1 峰计算应不低于 2 000。

2.2 对照品溶液的制备 取人参皂苷 Rg1 对照品适量,精密称定,加 50% 甲醇制成每 1 mL 含 0.1 mg 的溶液,即得。

2.3 供试品溶液的制备 取本品,研细,取 3 g,精密称定,置索氏提取器中,加乙醚适量,加热回流 1 小时,弃去乙醚液,药渣挥去乙醚,置圆底烧瓶中,加甲醇适量,加热回流 1 小时,滤过,用少量甲醇洗涤药渣和滤器,合并滤液和洗液,蒸干,残渣加 30 mL 正丁醇饱和的氨试液使溶解,置分液漏斗中,用水饱和的正丁醇振摇提取 5 次,每次 30 mL,合并正丁醇提取液,蒸干,残渣加 50% 甲醇使溶解,定量转移至 10 mL 量瓶中,加 50% 甲醇至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

2.4 测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10  $\mu$ L,注入液相色谱仪,测定。6 批样品测定结果见表 1。

## 3 方法学考察

3.1 专属性 按安康胶囊的制备方法制得去红参空白样品,再按供试品溶液制备法制得阴性样品溶液,按含量测定法测定,比较供试品溶液 HPLC 色谱及人参皂苷 Rg1 对照品 HPLC 色谱,结果阴性样品中其它成分对人参皂苷 Rg1 峰无

干扰。

表 1 样品测定结果

| 批号       | 人参皂苷 Rg1 含量/ $\mu$ g $\cdot$ 粒 <sup>-1</sup> | RSD (%) |
|----------|----------------------------------------------|---------|
| 20040311 | 64                                           | 0.7     |
| 20040312 | 56                                           | 1.1     |
| 20040313 | 51                                           | 0.5     |
| 20040708 | 65                                           | 1.3     |
| 20040709 | 36                                           | 0.7     |
| 20040901 | 39                                           | 0.6     |

3.2 线性关系考察 精密称取人参皂苷 Rg1 对照品 11.58 mg,置 25 mL 量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,即得。精密吸取上述对照品溶液 0.5、1、2、5、10 mL 置 10 mL 量瓶中,加 50% 甲醇稀释至刻度,摇匀,即得;精密吸取上述对照品稀释液 10  $\mu$ L,注入液相色谱仪,按正文色谱条件测定峰面积,以峰面积积分值为纵坐标,对照品进样量为横坐标,绘制标准曲线,回归方程为  $y = 285.217 23x - 8.526 70$ ,  $r = 0.999 98$ ,结果:人参皂苷 Rg1 在 0.231 6~4.632  $\mu$ g 之间呈良好线性。

3.3 精密度试验 精密吸取浓度为 0.121 4 mg/mL 的对照品溶液 10  $\mu$ L,按正文中液相色谱条件,重复进样 5 次。结果表明:人参皂苷 Rg1 峰面积 RSD 为 1.6%。

3.4 提取时间的考察 取本品三份,各 3 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,分别加热回流 30 分钟、60 分钟、120 分钟,对其提取时间进行了考察。结果表明:本品 60 分钟基本可提取完全。

3.5 提取次数的考察 结果表明:本品用正丁醇提取 5 次基本上可提取完全。

3.6 稳定性试验 取本品,对其正丁醇提取次数进行了考察,结果表明:本品用正丁醇提取 5 次基本上可提取完全。

3.7 重复性试验 取本品 5 份,照含量测定方法制备与测定,结果表明:人参皂苷 Rg1 平均含量为 0.310 6 mg/g, RSD 为 0.8%。

3.8 加样回收率试验 取已知含量的同一批号样品 1.5 g,精密称定,精密加入人参皂苷 Rg1 对照品 0.485 6 mg,按含量测定方法制备与测定,结果平均回收率为 97.41%, RSD 为 1.5%。

(收稿日期:2006-06-08)