

表 2 水煎煮正交实验及结果

试验号	A	B	C	试验结果 皂苷得率(%)
1	1	1	1	0.170
2	1	2	2	0.181
3	1	3	3	0.416
4	2	1	2	0.302
5	2	2	3	0.363
6	2	3	1	0.537
7	3	1	3	0.452
8	3	2	1	0.515
9	3	3	2	0.669
K ₁	0.767	0.924	1.222	
K ₂	1.202	1.059	1.152	
K ₃	1.636	1.622	1.231	
k ₁	0.256	0.308	0.407	
k ₂	0.401	0.353	0.384	
k ₃	0.545	0.541	0.410	
R	0.289	0.233	0.026	

表 3 L₄(2³)因素水平

因素 水平	提取时间(A) (min)	提取次数(B)	醇沉浓度(C) (%)
1	20	1	60
2	30	2	70

称取太子参药材细粉 20 g,加 10 倍量水后按表 3 条件进行超声提取,余下操作按 2.3 项目下自“提取液浓缩至一定体积……”起如法进行,每次实验平行做两次,结果见表 4

根据表 4 中极差 R 的大小,各因素对太子参皂

苷得率的影响大小顺序为 A>B>C,从表中直观地得出的结论是各因素最佳水平为 A₂B₁C₂,即超声提取 30 min 提取 1 次,醇沉浓度为 70%,皂苷得率为 0.731%。

表 4 超声提取法正交实验及结果

试验号	1	2	3	试验结果 皂苷得率(%)
	A	B	C	
1	1	1	1	0.381
2	1	2	2	0.385
3	2	1	2	0.731
4	2	2	1	0.714
K ₁	0.766	1.112	1.095	
K ₂	1.445	1.099	1.116	
k ₁	0.383	0.556	0.548	
k ₂	0.722	0.550	0.558	
R	0.339	0.006	0.010	

3 讨论

3.1 从实验结果直观可见,通法甲醇 1 次性提取 3 h 所得皂苷低于水煎煮法(分 3 次)提取 3 h,且通法生产过程长,有机溶剂用量多而危险大,操作较为繁琐,故可认为水煎煮法提取太子参皂苷更简便,更符合大生产降低成本、安全有效的要求

3.2 从超声提取的正交实验结果可见,超声提取的皂苷得率明显高于水煎煮法,且所消耗时间、提取次数均少于水煎煮法,故若生产条件具备,提倡使用超声波方法提取太子参皂苷。

HPLC法测定康强胶囊中人参皂苷 Rg₁的含量

刘桂敏¹,赵秀梅¹,张肖洪²

(1. 天津市医药科学研究所,天津 300070; 2. 太原康强生化制药厂,山西 太原 030031)

中图分类号: R927.2 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2001)09-0800-02

康强胶囊是由人参、天花粉、龟板、枸杞子等十几味中药提取液加生产用培养基,经光合菌发酵后喷雾干燥制成的胶囊剂,能防止缺硒综合症。用于肿瘤、糖尿病、心血管疾病等,并有促进代谢、增强免疫力、清除自由基的作用。为控制产品质量,我们采用 HPLC 法测定了康强胶囊中人参皂苷 Rg₁ 的含量^[1,2]。

1 仪器与试剂

1.1 仪器:日本岛津 LC-10AV P 高效液相色谱仪,

SPD-10AV P 紫外检测器,Class-V P5.03 软件,预处理柱 Waters 公司 Sep-pack C₁₈

1.2 试剂:人参皂苷 Rg₁, Re 由中国药品生物制品检定所提供,批号:0703-20015 康强胶囊由太原康强生化制药厂提供。乙腈为色谱纯,甲醇为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件的确定:采用 2000 年版中国药典方法,色谱柱:大连依利特 HYPESIL C₁₈ 分析柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm),流动相:乙腈-水(0.025% 磷

(20) 收稿日期: 2001-02-27

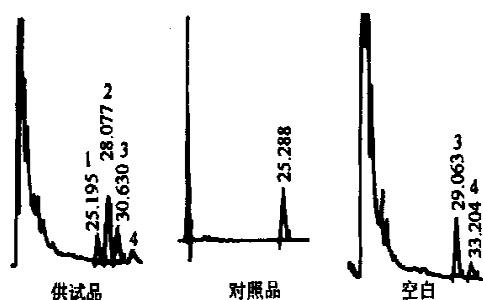
酸)(98:400),检测波长 203 nm,流速 1 mL/min,柱温:室温 在此条件下 R_{g1} , R_e 及杂质能够达到基线分离。

2.2 对照品溶液的制备:精密称取人参皂苷 R_e , R_{g1} 对照品,甲醇分别配制浓度为 0.234 4 mg/mL, 0.078 5 mg/mL 的溶液。

2.3 供试品溶液的制备:取本品 20粒胶囊,充分混匀后精密称取约 1 g 置索式提取器,加入氯仿 80 mL,加热回流 2 h,弃去氯仿液,药渣挥去氯仿连同滤纸筒移入具塞锥形瓶中。精密加入甲醇 25 mL 超声提取 30 min 后过滤,精密吸取续滤液 2 mL,置蒸发皿中蒸干。加水 2 mL 洗净残渣,过 Sep-pack C_{18} 预处理柱 (C_{18} 预柱先以 2 mL 甲醇活化,再用 15 mL 蒸馏水冲洗),用 3 mL 水除糖,再用 70% 的甲醇水溶液 4 mL 冲洗至蒸发皿中,挥干后,用甲醇定容至 2 mL 容量瓶中,进样前过 0.45 μ m 的微孔薄膜。

2.4 空白样品液的制备:取去除人参的其他药材,按处方及工艺制备阴性对照样品,并按供试液制备方法制备空白对照液。

2.5 测定法:分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10 μ L 注入液相色谱仪,按上述色谱条件测定峰面积,外标法计算,即得。空白样品进样量 10 μ L,结果在被测成分 R_{g1} 的保留时间处无干扰(见图 1)。



1-人参皂苷 R_{g1} 2-人参皂苷 R_e 3,4杂质

图 1 样品色谱图

2.6 线性关系考察:精密称取人参皂苷 R_{g1} 对照品 15.16 mg 置 10 mL 量瓶中,加甲醇定容至刻度,精

密吸取上述溶液 0.25, 0.5, 1, 2, 3 mL 置 10 mL 量瓶中,加甲醇定容,摇匀。各精密吸取 10 μ L,注入液相色谱仪,进样量与峰面积成线性关系。线性范围在 0.379~4.548 μ g,回归方程 $Y = 3601195.4X - 14812.6$, $r = 0.9999$ 。

2.7 精密度试验:吸取同一供试液 10 μ L,重复进样 7 次。平均峰面积 236982.4, $RSD = 0.94\%$ 。

2.8 重现性试验:分别称取 5 份同一批号的样品,依法测定, $RSD = 2.21\%$ 。

2.9 加样回收试验:精密称取已知含量 (0.422 mg/粒) 的样品约 0.5 g,精密加入甲醇配制的浓度为 1.016 mg/mL 的 R_{g1} 对照品溶液 1 mL,再精密加入甲醇 24 mL,共作 5 份。按供试品溶液的方法制备,结果回收率为 100.03%, $RSD = 2.07\%$ ($n = 5$)。

2.10 样品的含量测定:取 3 批样品按供试液制备方法处理,进样量 10 μ L,测定结果见表 1。

表 1 样品的含量测定

批号	含量(毫克/粒)	$RSD(\%)$
000302	0.426 1	0.402 8
000405	0.553 4	0.433 8
000506	0.422 1	0.859 3

3 结果与讨论

3.1 本品为十几味中药的复方制剂,含糖、色素都很高,我们将提取液过 Sep-pack C_{18} 预柱处理,改变了文献^[3]的洗脱过程,以蒸馏水为保留样品溶媒,蒸馏水去除糖分及水溶性色素,70% 甲醇水溶液作为人参皂苷洗脱液,结果较为满意,回收率为 98.6%。

3.2 由方法学考察结果可见,本法精密度高,重现性及线性关系好,回收率满意。故认为本法简便,灵敏,准确,可用作本制剂的质控。

参考文献:

- [1] 王宝琴. 中成药质量标准与标准物质研究 [M]. 北京: 中国医药科技出版社, 1994.
- [2] 刘军, 王燕桓, 傅承光. 高效液相色谱法分析人参皂苷 [J]. 药物分析杂志, 1998, 18(2): 132-136.
- [3] 周静远, 李海生, 刘虹. 人参及其制剂中人参皂苷的 HPLC 分析与固相净化技术应用 [J]. 药物分析杂志, 1995, 15(增刊): 88-89.

《中国中西医结合杂志》2002征订启事

中国中西医结合杂志是由中国中西医结合学会和中国中医研究院主办的,全国性中西医结合综合性学术期刊。报道我国中西医结合在临床、科研、预防、教学等方面的经验和成果,探讨中西医结合思路和方法,介绍国内外有关本专业的进展。本刊设有:临床论著、经验交流、实验研究、学术探讨、博士之窗、基层园地等多种栏目。本刊 1983 年进入美国《Index Medicus》、《MEDLINE》联机检索系统。本刊为大 16 开本,80 页,月刊,国内外公开发行。国内定价 7.80 元/期,国内邮发代号 2-52,国外代号 M 640,7.80 元/期。本刊英文版 (CHINESE JOURNAL OF INTEGRATED TRADITIONAL AND WESTERN MEDICINE) 为季刊,大 16 开本,80 页,邮发代号 82-825,国内定价 25 元/期。亦可向本社邮购,务请写清楚邮购者的姓名、地址、邮编和所购的杂志年、期及数量。本社地址:北京西苑操场 1 号中国中西医结合杂志社,邮编 100091;电话:010-62877592,电话/传真:010-62886827。