

# HPLC法测定西洋参茎叶总皂苷降解物中 20(S)-人参皂苷 Rh<sub>2</sub>的含量

姜江,孟勤,李政,张明恺\*  
(吉林大学药学院,吉林 长春 130021)

中图分类号: R286.02

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2002)03-0229-02

20(S)-人参皂苷 Rh<sub>2</sub> 对多种癌细胞具有较强的抑制作用,且能使癌细胞在其增殖过程中产生一种诱导作用,诱导癌细胞逆转为正常细胞。但 20(S)-人参皂苷 Rh<sub>2</sub> 在自然界存在甚少,红参中仅为十万分之一。为了获得大量 20(S)-人参皂苷 Rh<sub>2</sub>,一般采用总皂苷提纯,制备二醇组皂苷,再进行降解制备 20(S)-人参皂苷 Rh<sub>2</sub>。本文采用 HPLC法测定西洋参降解物中 20(S)-人参皂苷 Rh<sub>2</sub> 的含量,取得满意结果。

## 1 仪器与试药

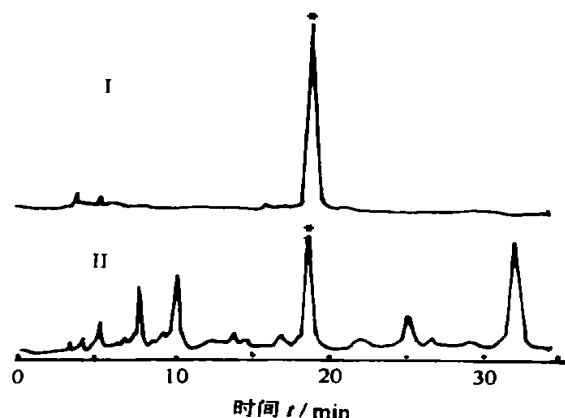
美国 Waters 高效液相色谱仪; Water 2478 双波长紫外检测器; Chromstation 数据处理系统; 对照品 20(S)-人参皂苷 Rh<sub>2</sub> 由本室自制,经高效液相色谱归一化法测定,其含量为 98% 以上。甲醇为色谱纯,水为双蒸水,其余试剂均为分析纯。

## 2 实验方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱为惠普 Zorbax ODS 柱 (4.6 mm×250 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇-水-磷酸 (87:13:0.2); 流速 0.8 mL/min; 柱温: 40℃; 检测波长: 203 nm。在此条件下 20(S)-人参皂苷 Rh<sub>2</sub> 与其它峰分开。见图 1。

2.2 测定波长的选择: 取 20(S)-人参皂苷 Rh<sub>2</sub> 对照品适量,经紫外分光光度计在 190~300 nm 波长下扫描,结果 20(S)-人参皂苷 Rh<sub>2</sub> 在 203 nm 处波长有最大的吸收,故选择 203 nm 作为测定波长。

2.3 线性关系考察: 精密称取 20(S)-人参皂苷 Rh<sub>2</sub> 6 mg 置于 10 mL 量瓶中,加甲醇配制成每毫升含 0.6 mg 的溶液。精密吸取对照品溶液 1, 2, 4, 6, 8, 10 μL, 注入液相色谱仪中,按上述色谱条件测定,以进样量 (μg) 为横坐标,峰面积积分值为纵坐标,绘制工作曲线。回归方程为  $Y = 740967.8X - 95128.7$ ,  $r = 0.9999$ 。进样量在 0.6~6 μg 呈良好线性关系。



I 对照品 II 样品 \* 20(S)-人参皂苷 Rh<sub>2</sub>

图 1 20(S)-人参皂苷 Rh<sub>2</sub> 的 HPLC 图

2.4 稳定性实验: 精密吸取同一样品溶液 10 μL, 每间隔 1 h 进样一次,共进样 6 次。结果表明样品溶液在 5 h 内基本稳定,  $RSD$  为 0.72% ( $n = 6$ )。

2.5 精密度试验: 精密吸取上述对照品溶液 5 μL, 重复进样 5 次, 20(S)-人参皂苷 Rh<sub>2</sub> 峰面积的  $RSD$  为 0.33%。

2.6 重现性试验: 精密吸取同一批样品溶液 10 μL, 依次平行测定 5 次, 结果其峰面积  $RSD$  为 0.85%。

2.7 回收率实验: 精密称取已知含量的同一批样品 20 mg, 分别加入对照品适量, 依法测定, 计算回收率。平均回收率为 99.62%,  $RSD$  为 0.56% ( $n = 5$ )。

2.8 样品测定: 精密称取本品 10 mg, 置 10 mL 量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀, 过滤, 取续滤液为供试品, 吸取 10 μL, 注入高效液相色谱仪中进行分析, 结果 3 批样品中 20(S)-人参皂苷 Rh<sub>2</sub> 的含量分别为 28.4%, 27.84%, 29.07%,  $RSD$  为 2.16%。

## 3 小结与讨论

本文试用过的流动相有: 85% 的甲醇溶液, 87% 甲醇溶液, 甲醇-0.04% 磷酸溶液, 甲醇-0.2% 磷酸

溶液,最终选用甲醇-水-磷酸(87:13:0.2)为流动相,结果 20(S)-人参皂苷  $Rh_2$  峰与其它峰完全达到

基线分离,使定量结果准确

## RP-HPLC法测定翳障消胶囊中黄芩苷的含量

彭 勋<sup>1</sup>,韩晓燕<sup>1</sup>,温 敏<sup>2</sup>,单国存<sup>2</sup>,刘静洁<sup>2\*</sup>

(1. 秦皇岛市第三医院,河北 秦皇岛 066000 2. 秦皇岛市药品检验所,河北 秦皇岛 066000)

中图分类号: R286.02

文献标识码: B

文章编号: 0253-2670(2002)03-0230-02

翳障消胶囊由柴胡、黄芩、菊花等中药制成,具有疏散风寒、退赤消翳之功效,用于治疗角膜炎、角膜溃疡等,疗效较好。针对处方中的黄芩,本实验采用高效液相色谱法进行了黄芩苷的含量测定<sup>[1-3]</sup>。

### 1 仪器与试药

SP-8810高效液相色谱仪, Spectra 100型 UV-Vis 检测器, TL9900 色谱工作站。黄芩苷对照品(含量测定用,中国药品生物制品检定所,批号 715-200010)。翳障消胶囊为秦皇岛市中医院生产。

### 2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱: Kromasil C<sub>18</sub> (200 mm×4.6 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇-水-磷酸 (50:50:0.3), 流速为 1.0 mL/min, 检测波长为 280 nm, 柱温: 30℃, 理论板数按黄芩苷峰计算应不低于 3 500。

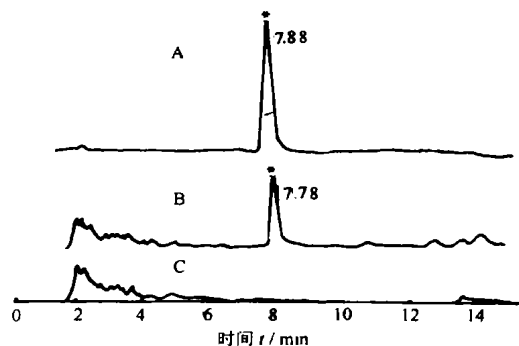
2.2 对照品溶液的制备: 精密称取在 60℃减压干燥 4h 的黄芩苷对照品适量,加甲醇制成每 1 mL 含 60 μg 的溶液,作为对照品溶液。

2.3 供试品溶液的制备: 取本品 10 粒内容物,混匀,精密称取 0.75 g,置 100 mL 量瓶中,加 50% 甲醇适量,超声处理 30 min,放冷,加 50% 甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,弃取初滤液,取续滤液作为供试品溶液。

2.4 阴性对照液的制备: 制不含黄芩的阴性制剂样品,按供试品制备的方法制备阴性对照液。

2.5 线性关系考察: 精密称取在 60℃减压干燥 4h 的黄芩苷对照品 11.30 mg,置 100 mL 量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,精密吸取此溶液用甲醇稀释并配制成每 1 mL 含黄芩苷 2.26, 11.3, 33.9, 56.5, 90.4 μg 的对照品溶液。分别吸取 10 μL,按上述色谱条件测定,以峰面积积分值为纵坐标,黄芩苷

量为横坐标,绘制标准曲线,回归方程为:  $Y = 482\ 062.8 + 592\ 681.8X$ ,  $r = 0.999\ 8$ ,线性范围 2.26~90.4 μg。见图 1。



A-对照品 B-样品 C-阴性对照 \* -黄芩苷

图 1 翳障消胶囊的 HPLC 图谱

2.6 精密度试验: 吸取对照品溶液 (56.5 μg/mL) 10 μL,重复进样 5 次,测定峰面积积分值,结果  $RSD$  为 1.48%。

2.7 稳定性试验: 取供试品溶液,分别于制备后 0, 1, 2, 4, 6, 8, 12 h 依法测定,结果  $RSD$  为 1.71%。

2.8 加样回收试验: 精密称取已知含量的供试品粉末约 0.1 g,精密称定,置 100 mL 锥形瓶中,精密加入对照品溶液 2 mL,在水浴中加热至对照品的溶剂(甲醇)挥尽,按供试品溶液制备方法制备,测定,计算回收率,结果平均回收率为 99.79%,  $RSD$  为 1.1% ( $n = 6$ )。

2.9 空白对照液的制备与测定: 除黄芩外,按处方比例称取其他各味药材,制成不含黄芩的制剂,与供试品同法制成阴性对照液,测定,见图 1 说明其他药材及辅料均不干扰黄芩苷的测定。

2.10 样品的测定: 分别精密吸取供试品溶液各 10 μL,依上述色谱条件测定,结果见表 1。