

HPLC method was used to determine ginsenoside R_{g1} in huoxue zhitong capsule

Zhong Yang

Guangxi University of Chinese Medicine, Nanning

Abstract: Objective: to establish a HPLC method for the determination of Ginsenoside R_{g1} in Huoxuezhitong capsule. Methods: Zorbax extend cm column (150 mm $\times$ 4.6 mm, 5 μ m) was used. The mobile phase was ethyl ester-0.1% phosphoric acid solution (20:80), the flow rate was 1.0 ml / min, the detection wavelength was 203 nm, and the column temperature was 30 $^{\circ}$ C . Results: the linear relationship between ginsenoside R_{g1} and peak area was good in the range of 1.236-9.888ug ($r = 0.9991$). The average recovery was 97.90%, RSD = 1.03% ($n = 6$). Conclusion: HPLC method is simple, reliable and specific, which can be used for the quality control of Huoxue Zhitong Capsule.

Key words: Huoxue Zhitong Capsule; Ginsenoside R_{g1} ; HPLC; Content

Received: 2019-11-01; Accepted: 2019-11-20; Published: 2019-11-29

高效液相色谱法测定活血止痛胶囊中人参皂苷 R_{g1} 含量

钟 扬

广西中医药大学, 南宁

邮箱: zhongy02@qq.com

摘 要: 目的: 建立测定活血止痛胶囊中人参皂苷 R_{g1} 含量的高效液相色谱 (HPLC) 法。方法: 采用 Zorbax Extend-Cm 柱 (150 mm × 4.6 mm, 5 μm), 流动相为乙脂-0.1% 磷酸溶液 (20: 80), 流速为 1.0 ml/min, 检测波长为 203 nm, 柱温为 30℃。结果: 人参皂苷 R_{g1} 进样量在 1.236~9.888 μg ($r=0.9991$) 范围内与峰面积线性关系良好, 平均回收率为 97.90%, RSD=1.03% ($n=6$)。结论: HPLC 法简便可靠、专属性强, 可用于活血止痛胶囊的质量检测。

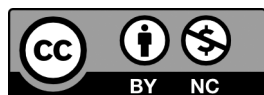
关键词: 活血止痛胶囊; 人参皂苷 R_{g1} ; 高效液相色谱法; 含量

收稿日期: 2019-11-01; 录用日期: 2019-11-20; 发表日期: 2019-11-29

Copyright © 2019 by author(s) and SciScan Publishing Limited

This article is licensed under a [Creative Commons Attribution-NonCommercial 4.0 International License](https://creativecommons.org/licenses/by-nc/4.0/).

<https://creativecommons.org/licenses/by-nc/4.0/>



活血止痛胶囊由三七、当归、乳香（制）、冰片、土鳖虫和自然铜（煅）6 味中药组成，能活血散瘀、消肿止痛，适用于跌打损伤、瘀血肿痛等症。为了有效控制本品质量，笔者用高效液相色谱（HPLC）法测定制剂中人参皂苷 R_i 的含量，报道如下。

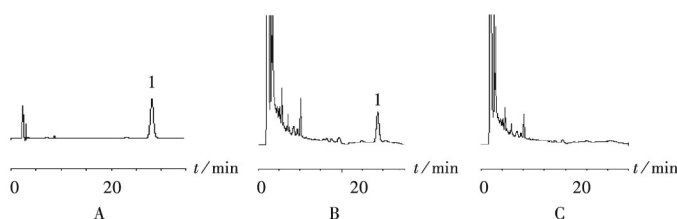
1 仪器与试药

Agilent 1200 型高效液相色谱仪（Agilent 公司）；SB3000 型超声处理器（上海必能信公司）。人参皂苷 R_{g1} 对照品（批号为 110703—200726，含量测定用，中国药品生物制品检定所）；活血止痛胶囊（江西冒诺药业有限公司）；流动相用乙脂（色谱纯），水（重蒸馏水），其他试剂（分析纯）。

2 方法与结果

2.1 色谱条件与系统适用性试验

色谱柱：Zorbax Extend-Cax 柱（150 mm × 4.6 mm，5 μ m）；流动相：乙腈-0.1% 磷酸溶液（20: 80）；流速：1.0 mL/min；柱温：30℃；检测波长：203 nm；进样量：10 μ L，在此条件下，理论塔板数按人参皂苷 R_{g1} 峰计算应不低于 4000，色谱图见图 1。



2.2 溶液制备

精密称取人参皂苷 R_{g1} 对照品适量，加甲醇制成每 1 mL 含人参皂苷 R_{g1} 0.5 mg 的溶液，即得对照品溶液。取样品内容物 4.0 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 20 mL，密塞，称定质量，超声（40 kHz，120 W）处理 30 min，放冷，再称定质量，用甲醇补足减失的质量，摇匀，滤过，取续滤液，即得供试品溶液，

取缺三七的阴性样品, 按供试品溶液制备方法制成阴性对照品溶液。

2.3 方法学考察

线性关系考察: 精密吸取对照品溶液 (含人参皂苷 R_{g1} 0.494 mg/mL) 2.5, 5.0, 10.0, 15.0, 20.0 mL, 分别注入高效液相色谱仪, 测定峰面积。以峰面积对进样量进行线性回归, 回归方程为 $Y=146.29X+224.05$, $r=0.9991$ ($n=5$)。结果表明人参皂苷 R_{g1} 含量在 1.2361~9.888ug 范围内与峰面积线性关系良好。

精密度试验: 精密吸取对照品溶液, 重复进样 6 次, 结果人参皂苷 R_{g1} , 峰面积值的 RSD 为 0.14% ($n=6$), 表明仪器精密度良好。

重现性试验: 精密称取同一批样品 (批号为 080114) 5 份, 按供试品溶液制备方法操作并依法测定。结果人参皂苷 R_{g1} , 平均含量为 1.81 mg/g, RSD 为 1.5% ($n=5$), 表明方法重复性良好。

稳定性试验: 取同一供试品溶液 (批号为 080114), 分别于 0, 2, 4, 6, 8h 时进样, 测定峰面积。结果峰面积的 RSD 为 1.4% ($n=5$), 表明供试品溶液在 8h 内稳定。

加样回收试验: 取 6 份已知含量的样品溶液 (各 1ml), 分别加入对照品溶液 1 ml, 按供试品溶液制备方法制备供试液, 依法测定含量并计算回收率。结果见表 1。

表 1 人参皂苷 R_{g1} 加样回收试验结果 ($n=6$)

样品含量(μg)	加入量(μg)	测得量(μg)	回收率(%)	$\bar{X}$ (%)	RSD(%)
3.6195	2.964	6.569	99.51	97.90	1.03
3.6195	2.964	6.540	98.53		
3.6195	3.458	6.992	97.53		
3.6195	3.458	6.964	96.72		
3.6195	4.446	7.950	97.40		
3.6195	4.446	7.964	98.62		

2.4 样品含量测定

取 3 批样品 (批号 080114, 080115, 080116), 依法测定, 以外标法计算含量。结果 3 批样品的人参皂苷 R_{g1} 含量分别为 1.81, 1.97, 1.87 mg/g。

3 讨论

加热回流提取及超声提取 (40kHz, 120W) 各 30min, 效果没有显著性差别, 本着检验快速、简便、准确的原则, 选择超声法作为供试品溶液的提取方法。比较了甲醇-水 (50: 50) 和乙腈-0.1% 磷酸溶液 (20: 80) 两种流动相, 结果以乙腈-0.1% 磷酸溶液 (20: 80) 作为流动相时, 检测峰形相对较好, 保留时间适中, 分离效果满意, 理论塔板数按三七皂苷 R_{g1} 峰计算超过 4000。

参考文献

- [1] WSs-B-2396-97, 卫生部药品标准·中药成方制剂 (第十二册) [S].
- [2] 王艳萍, 王伟东, 孟庆彪, 等. 沈阳红药片的质量标准研究 [J]. 中国实验方剂学杂志, 2001, 7 (4): 10.
- [3] 赵祥军, 刘峰群. 高效液相色谱法测定复方鳖甲软肝片中三七皂苷 R_1 和人参皂苷 R_{g1} 的含量 [J]. 时珍国医国药, 2002, 12 (6): 324.