

高效液相色谱法测定三七止血片中人参皂苷 Rg1 的含量

★ 刘大伟 廖宝源 (江西省赣州市药品检验所 赣州 341000)

关键词:三七止血片;人参皂苷 Rg1;HPLC 法

中图分类号:R 284.1 文献标识码:A

三七止血片收载于《中华人民共和国卫生部药品标准》中药成方制剂第11册,由三七、地锦草两味药经加工而成,具有行瘀止血、消肿、定痛之功效,用于吐血、衄血、血痢血崩、产后流血、月经过多及外伤出血等症。我们选择三七药材含的人参皂苷 Rg1 作为含量测定对象,建立了三七止血片中人参皂苷 Rg1 的含量测定方法。

1 仪器和试剂

美国 Waters515 高效液相色谱仪, B₆ 型分析天平。

人参皂苷 Rg1 对照品购自中国药品生物制品检定所,三七止血片由江西山香药业有限公司提供,甲醇、乙腈均为色谱纯,其余试剂为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱:Diamonsil C₁₈(5 μm, 250 mm×4.6 mm)柱;流动相:乙腈-水(24:76);检测波长:203 nm;流速:1.0 ml/min;进样量:20 μL。在上述条件下,人参皂苷 Rg1 可与杂质峰完全分离,保留时间约为 16.9 分钟。

2.2 对照品液的制备 精密称取人参皂苷 Rg1 对照品,加甲醇制成每 1 mL 含 0.2 mg 的对照品溶液。

2.3 供试液的制备 取本品 20 片,除去糖衣,精密称定,研细,取约 0.6 g,精密称定,置 25 mL 量瓶中,加甲醇 23 mL,超声处理 30 分钟,放冷,加甲醇至刻度,摇匀,用微孔滤膜(0.45 μm)滤过,滤液备用。

2.4 标准曲线的绘制 精密吸取人参皂苷 Rg1 对照品液 10、15、20、25、30 μL,按上述色谱条件,分别

重复进样,测定,记录峰面积。以进样量(μL)为横坐标 X,峰面积积分值为纵坐标 Y,进行线性回归得回归方程: $Y = 2\ 184.4X + 340\ 309.7$, $r = 0.999\ 3$ 。表明人参皂苷 Rg1 的进样量在 2.01 ~ 6.03 μg 间与峰面积呈良好的线性关系。

2.5 精密度试验 精密吸取对照品溶液 20 μL,按上述色谱条件测定,重复进样 5 次, RSD 为 0.13%。

2.6 稳定性试验 取供试液,分别于 0、1、2、3、4 小时进样测定,结果表明人参皂苷 Rg1 在 4 小时内稳定, RSD 为 0.22%。

2.7 重现性试验 取同一批样品 5 份,分别制备成供试液,测定, RSD 为 2.3%。

2.8 回收率试验 精密吸取已知含量的供试液 5 份,分别加入适量人参皂苷 Rg1 对照液,进样测定,结果平均回收率为 99.7%, RSD 为 0.61%。

2.9 样品测定 按供试液制备项下方法制备供试液,分别吸取 20 μL 注入液相色谱仪,按上述色谱条件测定,结果见表 1。

表 1 三七止血片中人参皂苷 Rg1 的含量测定

批号	人参皂苷 Rg1 含量/mg·片 ⁻¹	RSD (%)
030603	1.03	0.69
030606	0.87	0.57
030609	1.10	0.45

3 讨论

提取方法的选择:开始以正丁醇为溶剂进行提取,供试液杂质多,后改用极性较大的甲醇超声提取 30 分钟,效果很好,供试液杂质少,因此确定以甲醇为溶剂超声提取 30 分钟。

(收稿日期:2004-05-17)