

图 1 标样色谱图

Fig 1 Chromatogram of standard sample

1. 2 碘佛醇; 3. 有关物质 B; 4. 有关物质 A

1. 2 Ioversol 3. Related compound B; 4. Related compound A

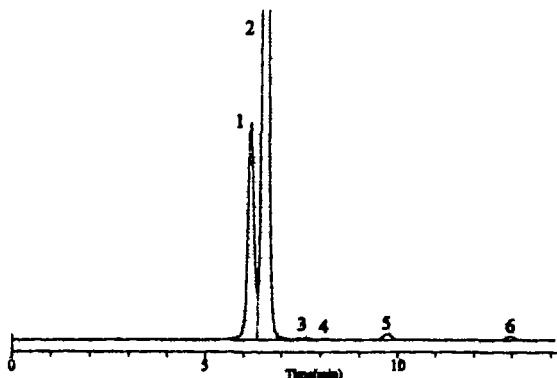


图 2 碘佛醇样品色谱图

Fig 2 Chromatograms of Ioversol (Lot No 000221)

1. 2 碘佛醇; 3. 4. 5 其它杂质; 6 有关物质 B

1. 2 Ioversol 3, 4, 5 other impurities 6 Related compound B

2.5 检测限

以 $S/N > 3$ 计, I, A, B 的检测限分别约为 1ng, 2ng, 2ng

2.6 线性试验

分别在 I (10.0 μg/mL), A (1.0 μg/mL), B (5.0 μg/mL) 浓度的 20% ~ 140% 范围内配制系列浓度标准溶液。取 20 μL 进样, 以浓度 (c) 对峰面积 (A) 进行线性回归, 得 I, A, B 的回归方程分别为: $A = 1336.8c + 55.43$, $r = 0.9999$; $A = 409.8c - 2.43$, $r = 0.9999$ 和 $A = 449.5c + 13.86$, $r = 0.9999$, 线性范围分别为 2.0 ~ 14.0 μg/mL, 0.2 ~ 1.4 μg/mL 和 1.0 ~ 7.0 μg/mL。

2.7 回收率试验

按“2.2”项下, 配制样品溶液 3 份, 分别准确加入有关物质 A 对照品溶液 0.40, 0.80, 1.20 mL 和有关物质 B 对照品溶液 2.0, 4.0, 6.0 mL, 用水定容。各取 20 μL 进样, 得 A 的回收率为 98.6%, RSD 为 0.66%; B 的回收率为 100.5%, RSD 为 0.25%。

2.8 样品测试

取 3 个批号的产品, 按“2.2”项下, 配制样品溶液, 依法进行测试。结果见表 1。

表 1 碘佛醇样品的分析结果

Tab 1 Result of Ioversol sample determination

批号	有关物质 A (%)	有关物质 B (%)	总杂质 (%)
000221	未检出	0.16	0.73
000303	未检出	0.20	0.75
000307	未检出	0.18	0.78

3 讨论

3.1 碘佛醇对照品主峰有两个峰组成, 经高效液相-质谱联用检测, 该二个峰的准分子离子完全相同。m/z = 806.8 的离子是碘佛醇的 M-H 负离子, m/z = 842.8 的离子是 M + Cl 负离子, m/z = 934.9 的离子是 M + I 负离子。因此, 可确定该二种成分是碘佛醇光学异构体。

3.2 实验中曾采用美国药典 24 版碘佛醇的流动相, 乙腈比例为 0.5% 时, 有关物质 A 和 B 的保留时间较长。经优化, 将乙腈比例提高到 4%, 保留时间缩短, 且峰形尖锐, 重现性好。

3.3 根据美国药典 24 版^[3]碘佛醇质量标准的规定, A 和 B 的含量应分别 ≤ 0.1% 和 ≤ 0.5%。从表 1 中可以看出, 我们研制的碘佛醇中有关物质 A 和 B 的含量均在规定范围内。此外, 在美国药典 24 版^[3]碘佛醇质量标准中未制定总杂质限量。为了严格控制碘佛醇的质量, 我们对碘佛醇中的总杂质也进行了检测, 结果表明我们研制的碘佛醇的总杂质在 0.8% 以下。

参考文献

- [1] Youlin Liu, Chesterfield Ma. Triiodosophtalamine X-Ray Contrastagent [P]. US 4396598. 1983-08-02.
- [2] 孙立军, 李敬邦, 毛松寿, 等. 安射力在选择性冠状动脉及心室造影中的初步应用 [J]. 实用放射学杂志, 1997, 13(10): 609.
- [3] USP 24 版. 909-910

收稿日期: 2003-06-03

高效液相色谱法测定三七药材中人参皂苷 R_g 和三七皂苷 R₁ 的含量

宋茹, 袁继民, 刘欣 (济南军区药品检验所, 济南 250022)

摘要: 目的 采用 HPLC 方法测定三七药材中人参皂苷 R_g 和三七皂苷 R₁ 的含量。方法 色谱条件, 以 Kromasil C₁₈ 柱 (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) 为色谱柱, 以乙腈-0.05% 磷酸 (25:75) 为流动相, 检测波长 203 nm; 流速 1.5 mL · min⁻¹。结果 人参皂苷 R_g 在 0.52 ~ 10.36 μg 内与峰面积呈良好的线性关系 (r = 0.99992, n = 7), 三七皂苷 R₁ 在 0.20 ~ 4.05 μg 内与峰面积呈良好的线性关系 (r = 0.99998, n = 7)。人参皂苷 R_g 的回收率为 97.4% ~ 98.9% (n = 9), 三七皂苷 R₁ 的回收率为 93.6% ~ 96.0% (n = 9)。结论 本方法分离度好, 快速, 简便, 重现性好, 可用于三七药材的质量控制。

关键词: 三七; 人参皂苷 R_g; 三七皂苷 R₁; 含量测定; 高效液相色谱法

中图分类号: R286.917.792.1

文献标识码: B

文章编号: 1007-7693(2005)01-0069-03

SONG Ru, YUAN Jim ing LU X in(Institute for Drug Control of the Jinan Military Region, Jinan 250022 China)

ABSTRACT OBJECTIVE To determine ginsenosides-R_g and saponins-R₁ in Radix Notoginseng by HPLC method **METHOD** A Kromasil C₁₈ column (4.6mm × 250mm, 5μm) was used with the mobile phase containing acetonitrile-0.05% phosphoric acid (25:75). The wavelength of detector was set at 203 nm. The flow rate was 1.5 mL·min⁻¹. **RESULTS** The calibration curves were linear in the range of 0.52~10.36μg for ginsenosides-R_g ($r = 0.99992$, $n = 7$) and 0.20~4.05μg for saponins-R₁ ($r = 0.99998$, $n = 7$). The recovery of ginsenosides-R_g was 97.4%~98.9% ($n = 9$), and that of saponins-R₁ was 93.6%~96.0% ($n = 9$). **CONCLUSION** The method is quick and simple with good reproducibility. It can be used for the quality control of Radix Notoginseng. **KEY WORDS** Radix Notoginseng; ginsenosides-R_g; saponins-R₁; determination; HPLC

中药三七为五加科植物三七 *Panax notoginseng* (Burk) F. H. Chen 的干燥根, 是我国传统名贵中药。具有散瘀止血, 消肿定痛等多种功效^[1]。近年来三七的药理研究已取得显著进展, 其中三七总皂苷具有耐缺氧、降血糖血脂、改善微循环、增强机体免疫力、抗炎、抗衰老等多方面的生理活性^[2]。三七总皂苷主要含人参皂苷 Rb₁、人参皂苷 Rg₁ 和三七皂苷 R₁ 三种主要活性成分。目前三七药材中各组分的含量测定方法已有一些报道^[1,3-5]。《中国药典》一部(2000年版)系应用薄层扫描法对三七中所含的人参皂苷 Rb₁ 和人参皂苷 Rg₁ 进行定量控制。本实验研究采用 HPLC 法测定三七药材中人参皂苷 Rg₁ 和三七皂苷 R₁ 的含量。结果表明本法简便、快速、重现性好。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

LC-6A 高效液相色谱仪, SPD-6AV 紫外检测器, C-R4A 数据处理机(日本岛津公司)。

1.2 试剂

三七药材 *Panax notoginseng* (Burk) F. H. Chen, 购于云南玉溪万方药厂, 产地云南红河州; 人参皂苷 Rg₁、三七皂苷 R₁ 对照品(供含量测定用)均购自中国药品生物制品检定所; 乙腈: Fisher Scientific 公司, HPLC 级; 磷酸为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱: Kromasil C₁₈ 柱 (4.6mm × 250mm, 5μm); 流动相: 乙腈-0.05% 磷酸 (25:75); 检测波长 203nm; 流速 1.5 mL·min⁻¹; 柱温 40℃。柱效以人参皂苷 Rg₁ 计, 理论塔板数应不低于 2500。色谱图见图 1。

2.2 供试品溶液的制备

精密称取三七药材粉末(过三号筛)约 1.5g 置 500mL 烧瓶中, 加乙醚 100mL, 置水浴上加热回流 1h, 弃去乙醚并挥干, 粉末加甲醇 80mL, 加热回流 2 次, 每次 1h, 过滤, 合并滤液, 减压浓缩至干。残留物分次加水使溶解, 置 50mL 量瓶中, 加水至刻度, 微孔滤膜 (0.45μm) 滤过。精密吸取 5mL, 置 25mL 量瓶中, 加水至刻度, 备用。

2.3 标准曲线制备

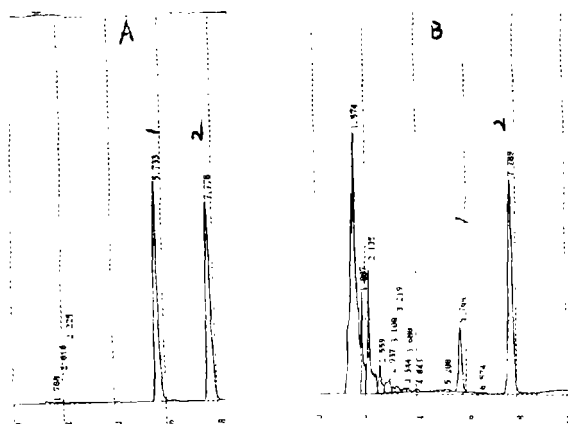
分别精密称取 60℃ 真空干燥 2h 的人参皂苷 Rg₁ 和三七

皂苷 R₁ 对照品约 25mg 和 10mg 于 50mL 量瓶中, 加水溶解并定容, 作为对照品储备液。精密吸取对照品储备液 0.5, 1.0, 2.0, 4.0, 6.0, 8.0, 10.0mL 于 10mL 量瓶中, 用水定容至刻度, 摇匀, 微孔滤膜 (0.45μm) 滤过。取续滤液 20μL 进样, 记录色谱图, 分别以峰面积对进样量回归分析, 得到人参皂苷 Rg₁ 和三七皂苷 R₁ 的线性回归方程分别为:

$$Y = 6.327 \times 10^{-6} X - 0.08553 \quad r = 0.99992$$

$$Y = 7.971 \times 10^{-6} X - 0.00803 \quad r = 0.99998$$

进样量范围分别为 0.52~10.36μg 和 0.20~4.05μg



溶液。精密吸取供试品溶液 10 μ L 进样,记录峰面积。人参皂苷 R_{g1} RSD= 1.44%,三七皂苷 R_1 RSD= 1.68%。

2.7 回收率测定

取已知含量的样品粉末(过三号筛)约 1.0g 精密称定 9 份,分别精密加入一定量的人参皂苷 R_{g1} 和三七皂苷 R_1 对照品,按 2.2法制备,进样 10 μ L,记录峰面积并计算回收率,结果见表 1。

表 1 回收率实验结果 ($n=3$)

Tab 1 Results of recovery($n=3$)

组分	加入量 (μ g)	测得量 (μ g)	平均回收率 (%)	RSD (%)
人参皂苷 R_{g1}	0.817	0.796	97.4	3.4
	1.633	1.615	98.9	2.9
	2.450	2.393	97.7	3.3
三七皂苷 R_1	0.423	0.396	93.6	2.2
	0.846	0.804	95.0	2.5
	1.269	1.218	96.0	3.1

2.8 样品测定

取 6 批样品,按 2.2法操作,在上述色谱条件下,以外标法计算各样品中人参皂苷 R_{g1} 和三七皂苷 R_1 的含量,同时以 TLC法做比较,结果见表 2。

表 2 样品测定结果 ($n=6$)

Tab 2 The results of sample determination($n=6$)

样品	人参皂苷 R_{g1} 含量 (%)		三七皂苷 R_1 含量 (%)	
	HPLC法	TLC法	HPLC法	TLC法
1	2.56	2.72	0.53	0.78
2	1.84	1.93	0.40	0.64
3	2.95	3.09	0.64	0.88
4	2.10	2.02	0.45	0.89
5	2.63	2.58	0.46	0.73
6	3.37	3.41	0.67	1.06

3 讨论

3.1 流动相的选择

先后用了不同比例的流动相,经实验,认为用乙腈-0.05%磷酸(25:75)为测定人参皂苷 R_{g1} 和三七皂苷 R_1 含量的流动相,即可排除干扰,又能使各组分达到基线分离的效果,且分析时间较短。

3.2 对比实验

与中国药典一部 2000年版所述的薄层扫描法相比,本方法操作简便,精密度高,重现性好。对 6 个样品中人参皂苷 R_{g1} 的测定结果基本一致,而对三七皂苷 R_1 的分析结果差距较大。薄层法结果偏高,高效液相法偏低,考虑这与薄层法误差较大有关。

参考文献

- [1] 中国药典 2000年版一部[S]. 2000.10.
- [2] 陈英. 三七总皂苷的药理研究及临床应用进展[J]. 广西医学, 1998, 20(6): 1109.
- [3] 董林. 大孔树脂吸附-分光光度法测定三七蜂王浆中三七皂甙[J]. 中国中药杂志, 1991, 16(7): 418.
- [4] 周志华, 章观德. 人参的分析-N. 人参皂甙的高效液相色谱测定[J]. 药学学报, 1988, 23(2): 137.
- [5] 王强, 江英桥, 马世平, 等. 高效液相色谱法测定三七中三七皂苷 R_1 的含量[J]. 中国中药杂志, 2000, 25(10): 617.

收稿日期: 2003-08-07

高效液相色谱法测定抗感颗粒中绿原酸的含量

寿文虹, 吴韶铭, 施芬(金华市药品检验所, 浙江 金华 321000)

摘要:目的 建立抗感颗粒中绿原酸的 HPLC 测定方法。方法 采用 ZORBAX SB-C₁₈ 柱(4.6mm \times 250mm, 5 μ m), 甲醇-1%磷酸溶液(25:75)为流动相,检测波长为 327 nm。结果 绿原酸在 7.5~120.0 μ g \cdot mL⁻¹的浓度内呈良好的线性关系($r=0.9999$),平均回收率为:100.48% (RSD=1.2%)。结论 该方法简便、快速、准确,适用于抗感颗粒的质量控制。

关键词: 高效液相色谱法; 抗感颗粒; 绿原酸

中图分类号: R917.7; R286

文献标识码: B

文章编号: 1007-7693(2005)01-0071-02

Determination of chlorogenic acid in Kanggan granules by HPLC

SHOU Wen-hong WU Shaom-ing SHI Fen(Jinhua Institute for Drug Control, Jinhua 321000 China)

ABSTRACT OBJECTIVE To establish a HPLC method for determination of chlorogenic acid in Kanggan granules. **METHOD** A ZORBAX SB-C₁₈ column (4.6mm \times 250mm, 5 μ m) was used with a mobile phase of methanol-1% phosphoric acid solution (25:75). The detect wavelength was 327 nm. **RESULTS** The calibration curve was linear within the range of 7.5~120.0 μ g/mL ($r=0.9999$), average recovery was: 100.48% (RSD=1.2%). **CONCLUSION** The method is simple, rapid, accurate, and suitable for the quality control of Kanggan granules.

中国现代应用药学杂志 2005年 2月第 22卷第 1期

Chin J MAP, 2005 February, Vol 22 No 1

• 71 •