

利用 Nexera LC-40 方法转换功能建立 UHPLC 法测定人参中的人参皂苷

LC-419

摘要： 本文采用岛津 Nexera LC-40 系列高效液相色谱仪，利用方法转移功能建立了 UHPLC 法测定人参中的人参皂苷 Rg₁、人参皂苷 Re、人参皂苷 Rb₁。实验结果表明，人参皂苷 Rg₁ 理论塔板数为 43066，符合 2020 年版《中国药典》（第一部）人参含量测定项下规定（理论板数按人参皂苷 Rg₁ 峰计算应不低于 6000）；人参皂苷 Rg₁ 和人参皂苷 Re 的分离度为 1.937，且 3 种人参皂苷与相邻杂质峰能达到基线分离，符合 2020 年版《中国药典》要求。利用方法转移功能建立的分析方法能快速准确地测定人参中的人参皂苷。

关键词： Nexera LC-40 方法转移 人参皂苷

人参皂苷是一种固醇类化合物，主要存在于人参属药材中。人参皂苷 Rg₁ 具有兴奋中枢神经作用、抑制血小板凝集作用；人参皂苷 Re 可抑制中枢神经，扩张血管，有抗疲劳作用；人参皂苷 Rb₁ 具有增强胆碱系统的功能以及改善记忆力的作用。

在 2020 年版《中国药典》（第一部）人参含量测定中，人参皂苷 Rg₁、人参皂苷 Re、人参皂苷 Rb₁ 的分析时间超过 100 分钟，分析时间长，分离效果不佳。本实验使用岛津 Nexera LC-40 高效液相色谱

仪方法转移功能，建立 UHPLC 法测定人参中的人参皂苷 Rg₁、人参皂苷 Re、人参皂苷 Rb₁，实现普通液相方法快速转换为超高效液相方法，为人参皂苷的检测提供更为可靠快捷的分析方法。

岛津 Nexera LC-40 高效液相色谱仪系统具有分析速度快、稳定性高的特点，同时具备方法转移功能，适用于制药药检相关行业对药品的分析检验及探索方法工作。

■ 实验部分

1.1 仪器

本实验使用岛津 Nexera LC-40 液相色谱仪，具体配置为：

系统控制器：SCL-40

输液泵：LC-40B X3

自动进样器：SIL-40C X3

柱温箱：CTO-40C

检测器：SPD-40

色谱工作站：LabSolutions Ver 5.97



图 1 岛津 Nexera LC-40 系列高效液相色谱仪

1.2 Nexera LC-40 方法转移功能设定

岛津 Nexera LC-40 系列液相色谱仪新增方法转移设定功能。使用该功能前，首先设定分析条件参数并保存方法文件，然后打开移动仪器参数功能，设定相应参数，可调节梯度开始时间或梯度程序，无需更换流路和混合器等部件就可以顺利地方法转移，自动获得方法转移后的分析条件参数。移动仪器参数功能实现了快速便捷的分析方法转换，大大节省方法优化的时间，有效提高工作效率。

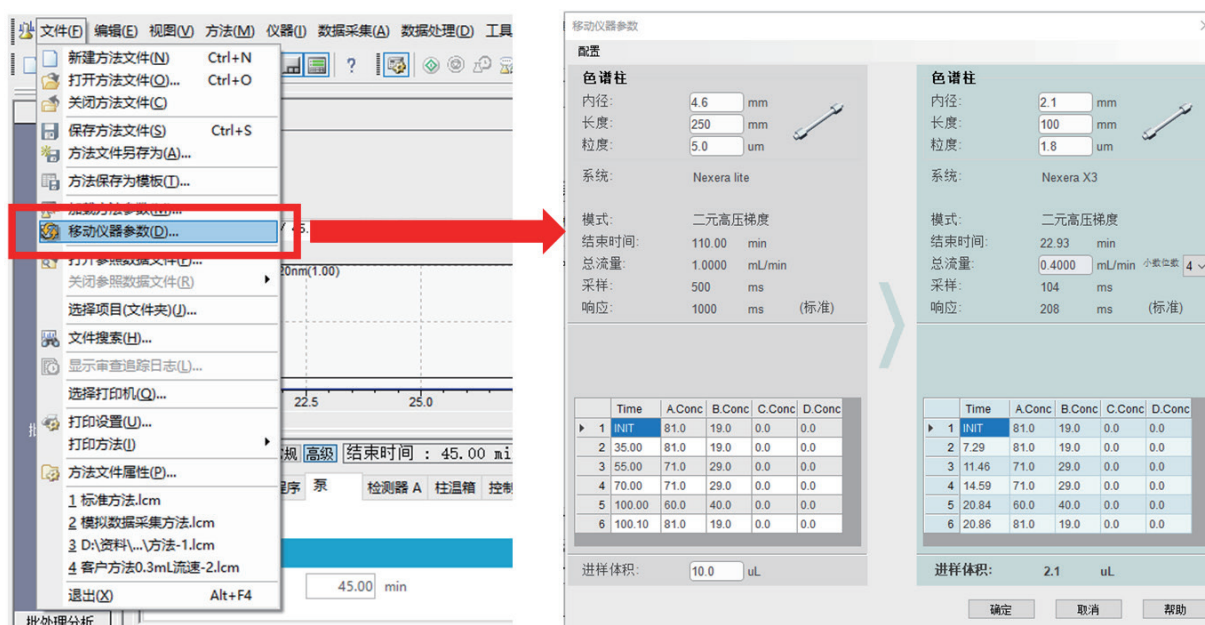


图 2 移动仪器参数功能

■ 样品前处理

对照品溶液制备：参照 2020 年版《中国药典》（第一部）人参含量测定项下要求制得。

供试品溶液制备：参照 2020 年版《中国药典》（第一部）人参含量测定项下要求制得。

■ 结果与讨论

3.1 人参中的人参皂苷 HPLC 分析方法测定结果

参照 2020 年版《中国药典》（第一部）人参含量测定，设定 HPLC 分析条件（表 1 和表 2），对照品溶液色谱图见图 3。

表 1 系统适用性溶液 HPLC 分析条件

仪 器	LC-40 (Nexera XR)
色 谱 柱	Shim-pack GIS (250 mm×4.6 mm I.D., 5.0 μm)
流 动 相	A 相 - 水; B 相 - 乙腈
流 速	1.0 mL/min
柱 温	35°C
检测波长	203 nm
进样体积	10 μL
洗脱方式	梯度洗脱, B 相起始浓度为 19%, 时间程序见表 2

表 2 梯度洗脱时间程序

时间 (min)	单元	处理命令	值
35.00	泵	B Conc	19
55.00	泵	B Conc	29
70.00	泵	B Conc	29
100.00	泵	B Conc	40
100.10	泵	B Conc	19
110.00	控制器	Stop	

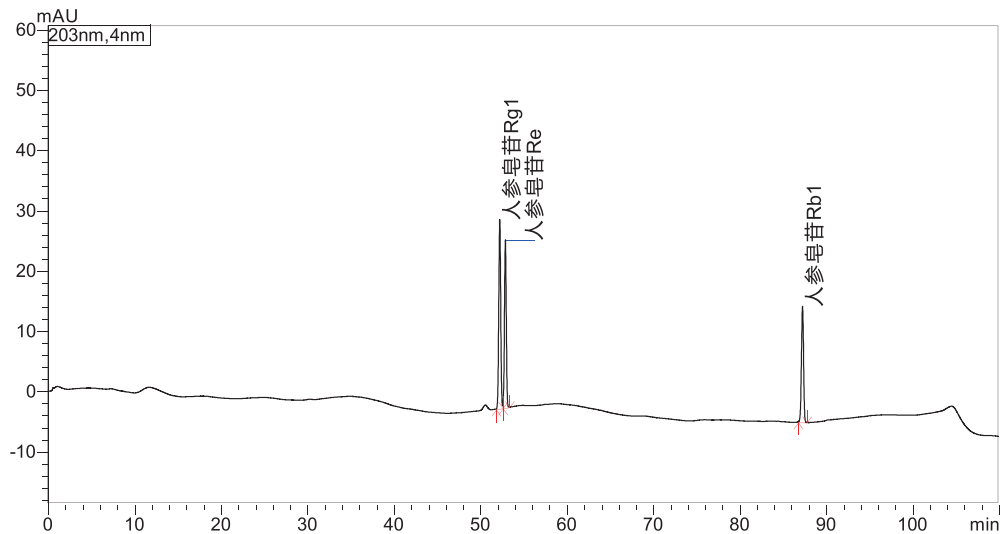


图 3 对照品溶液色谱图 (HPLC 方法)

3.2 利用方法转移功能设定 UHPLC 分析条件

使用 1.2 中的方法转移设定功能, 对 3.1 系统适用性试验的 HPLC 分析条件进行方法转移, 建立 UHPLC 方法。对照品色谱图见图 4, 供试品溶液色谱图见图 5, UHPLC 分析条件见表 3 和表 4。

表 3 系统适用性溶液 UHPLC 分析条件

仪 器	LC-40 (Nexera X3)
色 谱 柱	Shim-pack Velox SP-C18 (100 mm×2.1 mmI.D., 1.8 μm)
流 动 相	A 相 - 水; B 相 - 乙腈
流 速	0.4 mL/min
柱 温	35°C
检测波长	203 nm
进样体积	2 μL
洗脱方式	梯度洗脱, B 相起始浓度为 19%, 时间程序见表 4

表 4 梯度洗脱时间程序

时间 (min)	单元	处理命令	值
7.30	泵	B Conc	19
11.47	泵	B Conc	29
14.59	泵	B Conc	29
20.84	泵	B Conc	40
20.86	泵	B Conc	19
23.00	控制器	Stop	

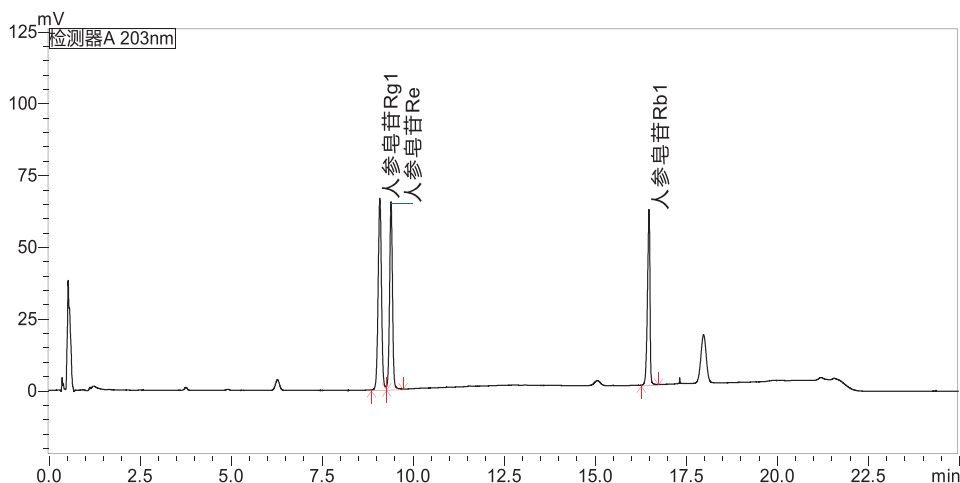


图 4 对照品溶液色谱图 (UHPLC 方法)

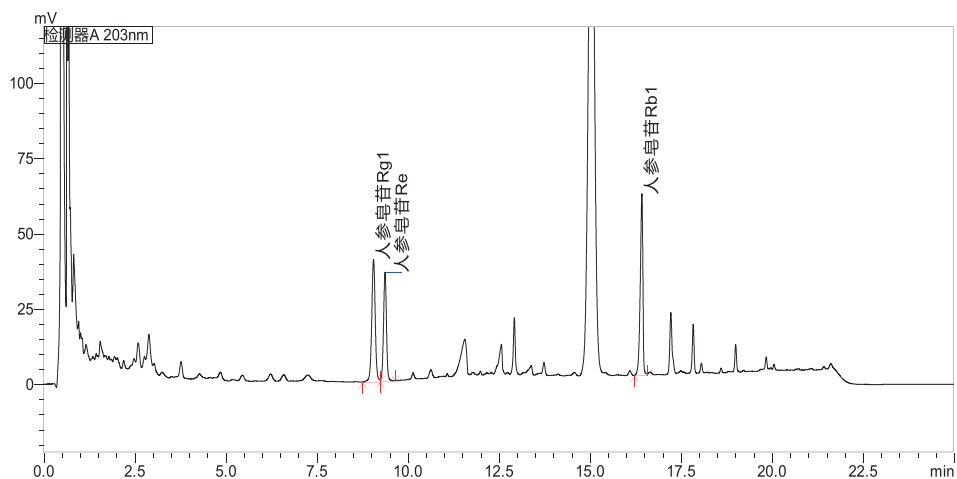


图 5 供试品溶液色谱图 (UHPLC 方法)

3.3 人参中的人参皂苷 UHPLC 分析方法测定结果

按 3.2 中的 UHPLC 分析条件进行测定, 人参皂苷的测定结果见表 5- 表 6。结果表明, 人参皂苷 Rg₁ 峰的理论塔板数为 43066, 符合 2020 年版《中国药典》(第一部) 人参含量测定项下规定 (理论板数按人参皂苷 Rg₁ 峰计算应不低于 6000); 人参皂苷 Rg₁ 和人参皂苷 Re 的分离度为 1.937, 且 3 种人参皂苷与相邻杂质峰能达到基线分离, 符合 2020 年版《中国药典》要求。分别对对照品溶液和供试品溶液连续进样 6 针分析, 3 种人参皂苷的保留时间 RSD% 小于 0.3%; 峰面积 RSD% 小于 0.5%, 符合 2020 年版《中国药典》要求。

表 5 对照品溶液 UHPLC 测定结果 (n=6)

化合物名称	保留时间 (RSD%)	峰面积 (RSD%)	理论塔板数 (平均值)	分离度 (平均值)
人参皂苷 Rg ₁	0.21	0.21	43066	-
人参皂苷 Re	0.17	0.23	63129	1.937
人参皂苷 Rb ₁	0.10	0.21	266226	51.065

表 6 供品溶液 UHPLC 测定结果 (n=6)

化合物名称	保留时间 (RSD%)	峰面积 (RSD%)	理论塔板数 (平均值)	分离度 (平均值)
人参皂苷 Rg ₁	0.11	0.37	43582	-
人参皂苷 Re	0.09	0.42	66240	1.989
人参皂苷 Rb ₁	0.05	0.35	247480	50.817

■ 结论

本文采用岛津 Nexera LC-40 系列高效液相色谱仪, 参照 2020 年版《中国药典》(第一部) 人参含量测定方法, 利用方法转移功能建立了 UHPLC 法测定人参中的人参皂苷 Rg₁、人参皂苷 Re、人参皂苷 Rb₁。实验结果表明, 所有测定结果均符合 2020 年版《中国药典》(第一部) 人参含量测定项下规定。利用方法转移功能建立的 UHPLC 方法分析时间为 23 min, 在满足标准规定的同时, 该方法相比 2020 年版《中国药典》(第一部) 人参含量测定 HPLC 方法缩短超过四分之三的分析时间, 极大地提高了工作效率。

方法转移功能建立分析方法能快速、稳定、准确地测定人参中的人参皂苷, 该功能适用于制药药检相关行业从业人员的药品分析检验及探索新方法工作。

岛津应用云

