

血栓通注射液质量标准的研究

邓巧虹, 苑 鹏, 邵爱馨, 陆蕴如
(北京中医药大学中药学院, 北京 100102)

摘要:目的:对血栓通注射液进行了薄层定性及质量标准研究。方法:采用薄层色谱法对方中三七进行定性鉴别;采用薄层扫描法对方中三七中的人参皂苷 Rb_1 、 Rg_1 进行含量测定。结果:人参皂苷 Rg_1 、 Rb_1 的线性范围分别为 1.70~ 8.50 μ g、3.06~ 7.14 μ g, 平均回收率分别为 99.26%, 96.73%。结论:方法可行,重复性好,能有效地控制该制剂的质量。

关键词:血栓通注射液;人参皂苷 Rb_1 、 Rg_1 ;薄层扫描法

中图分类号:R284.2 文献标识码:B 文章编号:1005-9903(2002)02-0008-02

Studies on the Quality Standard of *Xueshuantong* Injection

DENG Qiao-hong, YUAN Peng, SHAO Ai-xin, LU Yun-ru

(Scholl of Chinese Pharmacy, Beijing University of Traditional Chinese Medicine, Beijing, 100102, China)

Abstract: Objective: To establish the qualitative and quantitative methods of *Xueshuantong* injection. Methods: TLC scanning method for the quantitative analysis. Results: The linear range and average recovery of ginsenoside Rb_1 and Rg_1 were 1.02~ 7.14 μ g and 1.7~ 8.5 μ g, and 99.08% and 96.73%, respectively. Conclusion: The method was convenient, accurate and practicable.

Key words: *Xueshuantong* injection; Ginsenoside Rb_1 ; Ginsenoside Rg_1 ; Ginsenoside R_1

血栓通注射液具有活血祛瘀,扩张血管,改善血液循环的作用,主要用于急性缺血性脑血管疾病,脑血栓,短暂性脑缺血,脑出血后遗症,视网膜中央静脉阻塞;还可用于冠心病,肺心病,高脂血症,球结膜出血。该制剂由三七等多味中药组成,其中三七为君药。三七中含有人参皂苷 Rb_1 、 Rg_1 、 Re 、 R_1 ,文献^[2,3]曾用薄层扫描法对三七中人参皂苷 Rg_1 进行含量测定,我们采用 MERCK 硅胶 G 薄层板,二次展开。三七中人参皂苷 Rb_1 、 Rg_1 、 Re 、 R_1 分离效果好,斑点清晰,故采用薄层扫描法对含量较高成分 Rb_1 、 Rg_1 进行含量测定。

1 仪器、试剂

CS-9000 型薄层扫描仪(日本岛津公司);MERCK 硅胶 G 薄层板(德国进口);硅胶 G 薄层板、高效硅胶 G 薄层板(青岛海洋化工厂);人参皂苷 Rb_1 、 Rg_1 、 R_1 、 Re 对照品(中国药品生物制品检定所);血栓通注射液:内蒙古甘旗卡制药厂提供;所有试剂均为分析纯。

2 三七的鉴别^[1]

精密吸取血栓通注射液 5ml,置分液漏斗中,用水饱和正丁醇振摇提取 3 次(20ml \times 1, 10ml \times 2),分

取正丁醇层,合并,减压回收至干,残渣用少量甲醇溶解并完全转移至 2ml 容量瓶中,稀释至刻度、摇匀,作为供试品溶液。另取三七药材的阴性样品,同法制成阴性对照液。再取人参皂苷 Rb_1 、 Rg_1 、 Re 、 R_1 适量,加甲醇分别制成 1.15mg/ml, 1.10mg/ml, 1.08mg/ml, 1.05mg/ml 溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录 VIB)试验,精密吸取供试品溶液、阴性对照溶液各 4 μ l,四种对照品溶液各 1 μ l,分别点于同一块 MERCK 硅胶 G 薄层板上,以氯仿-甲醇-水(13:7:2) 10 $^{\circ}$ C 以下放置过夜的下层溶液为展开剂,二次展开,取出,晾干,10% 硫酸/乙醇溶液浸板显色,挥干溶剂,在 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与人参皂苷 Rb_1 、 Rg_1 、 Re 、 R_1 相应的位置显相同颜色斑点,阴性对照液在相应的位置上无对应斑点。结果见图 1。

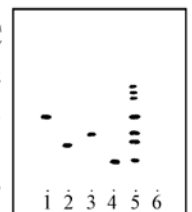


图 1 血栓通注射液 TLC 图

1. 人参皂苷 Rb_1 对照品
2. 人参皂苷 Re 对照品
3. 人参皂苷 Rg_1 对照品
4. 人参皂苷 R_1 对照品
5. 供试品溶液
6. 空白对照

3 人参皂苷 Rb_1 、 Rg_1 含量测定

3.1 薄层色谱条件及扫描条件 吸附剂为 MERCK 硅胶 G 薄层板;展开剂:氯仿-甲醇-水(13:7:2) 10 $^{\circ}$ C 以下放置过夜的下层溶液;显色剂:10% 硫酸/乙醇溶液, 105 $^{\circ}$ C 烘 3~ 5min, 至斑点

显色清晰。取出,在薄层板上覆盖同样大小的玻璃板,周围用透明胶条封固。扫描方式为双波长反射法锯齿扫描,测定波长: $\lambda = 520\text{nm}$, 参比波长: $\lambda_r = 650\text{nm}$; 狭缝 $1.2\text{mm} \times 1.2\text{mm}$; 线性化参数 $SX = 3$ 。

3.2 线性关系考察 精密称取人参皂苷 Rb_1 、 Rg_1 对照品适量,加甲醇分别制成浓度 1.70mg/ml 、 1.02mg/ml 的溶液。精密吸取人参皂苷 Rb_1 2.5 、 5 、 10 、 20 、 40 、 80 、 160 、 320 、 640 、 1280 、 2560 、 5120 、 10240 、 20480 、 40960 、 81920 、 163840 、 327680 、 655360 、 1310720 、 2621440 、 5242880 、 10485760 、 20971520 、 41943040 、 83886080 、 167772160 、 335544320 、 671088640 、 1342177280 、 2684354560 、 5368709120 、 10737418240 、 21474836480 、 42949672960 、 85899345920 、 171798691840 、 343597383680 、 687194767360 、 1374389534720 、 2748779069440 、 5497558138880 、 10995116277760 、 21990232555520 、 43980465111040 、 87960930222080 、 175921860444160 、 351843720888320 、 703687441776640 、 1407374883553280 、 2814749767106560 、 5629499534213120 、 11258999068426240 、 22517998136852480 、 45035996273704960 、 90071992547409920 、 180143985094819840 、 360287970189639680 、 720575940379279360 、 1441151880758558720 、 2882303761517117440 、 5764607523034234880 、 11529215046068469760 、 23058430092136939520 、 46116860184273879040 、 92233720368547758080 、 184467440737095516160 、 368934881474191032320 、 737869762948382064640 、 1475739525896764129280 、 2951479051793528258560 、 5902958103587056517120 、 11805916207174113034240 、 23611832414348226068480 、 47223664828696452136960 、 94447329657392904273920 、 188894659314785808547840 、 377789318629571617095680 、 755578637259143234191360 、 $1511157274518286468382720$ 、 $3022314549036572936765440$ 、 $6044629098073145873530880$ 、 $12089258196146291747061760$ 、 $24178516392292583494123520$ 、 $48357032784585166988247040$ 、 $96714065569170333976494080$ 、 $193428131138340667952988160$ 、 $386856262276681335905976320$ 、 $773712524553362671811952640$ 、 $1547425049106725343623905280$ 、 $3094850098213450687247810560$ 、 $6189700196426901374495621120$ 、 $12379400392853802748991242240$ 、 $24758800785707605497982484480$ 、 $49517601571415210995964968960$ 、 $99035203142830421991929937920$ 、 $198070406285660843983859875840$ 、 $396140812571321687967719751680$ 、 $792281625142643375935439503360$ 、 $1584563250285286751870879006720$ 、 $3169126500570573503741758013440$ 、 $6338253001141147007483516026880$ 、 $12676506002282294014967032053760$ 、 $25353012004564588029934064107520$ 、 $50706024009129176059868128215040$ 、 $101412048018258352119736256430080$ 、 $202824096036516704239472512860160$ 、 $405648192073033408478945025720320$ 、 $811296384146066816957890051440640$ 、 $1622592768292133633915780102881280$ 、 $3245185536584267267831560205762560$ 、 $6490371073168534535663120411525120$ 、 $12980742146337071071326240823050240$ 、 $25961484292674142142652481646100480$ 、 $51922968585348284285304963292200960$ 、 $103845937170696568570609926584401920$ 、 $207691874341393137141219853168803840$ 、 $415383748682786274282439706337607680$ 、 $830767497365572548564879412675215360$ 、 $1661534994731145097129748825350430720$ 、 $3323069989462290194259497650700861440$ 、 $6646139978924580388518955301401722880$ 、 $13292279957849160777037910602803445760$ 、 $26584559915698321554075821205606891520$ 、 $53169119831396643108151642411213783040$ 、 $106338239662793286216303284822427566080$ 、 $212676479325586572432606569644855132160$ 、 $425352958651173144865213139289710264320$ 、 $850705917302346289730426278579420528640$ 、 $1701411834604692579460852557158841057280$ 、 $3402823669209385158921705114317682114560$ 、 $6805647338418770317843410228635364229120$ 、 $13611294676837540635686820457270728458240$ 、 $27222589353675081271373640914541456916480$ 、 $5444517870735016254274728182908313832960$ 、 $10889035741470032508549456365816627665920$ 、 $21778071482940065017098912731633255331840$ 、 $43556142965880130034197825463266510663680$ 、 $87112285931760260068395650926533021327360$ 、 $174224571863520520136791301853066042654720$ 、 $348449143727041040273582603706132085309440$ 、 $696898287454082080547165207412264170618880$ 、 $1393796574908164161094330414824528341237760$ 、 $2787593149816328322188660829649056682475520$ 、 $5575186299632656644377321659298113364951040$ 、 $11150372599265313288754643318596226729902080$ 、 $22300745198530626577509286637192453459804160$ 、 $44601490397061253155018573274384906919608320$ 、 $89202980794122506310037146548769813839216640$ 、 $178405961588245012620074293097539627678433280$ 、 $356811923176490025240148586195079255356866560$ 、 $713623846352980050480297172390158510713733120$ 、 $1427247692705960100960594344780317021427466240$ 、 $285449538541192020192118868956063404285493280$ 、 $570899077082384040384237737912126808570986560$ 、 $1141798154164768080768475475824253617141973120$ 、 $2283596308329536161536950951648507234283946240$ 、 $456719261665907232307390190329701468566789280$ 、 $913438523331814464614780380659402937133578560$ 、 $1826877046663628929229560761318805874267157120$ 、 $365375409332725785845912152263761174853434240$ 、 $73075081866545157169182430452752234970688480$ 、 $14615016373309031433836486090550446994137760$ 、 $29230032746618062867672972181100893988275520$ 、 $58460065493236125735345944362201787976551040$ 、 $11692013098647225147069188872440357595310080$ 、 $23384026197294450294138377744880715190620160$ 、 $46768052394588900588276755489761430381240320$ 、 $93536104789177801176553510979522860762480640$ 、 $187072209578355602353107021959045721524961280$ 、 $374144419156711204706214043918091443049922560$ 、 $748288838313422409412428087836182886099845120$ 、 $1496577676626844818824856175672365772199690240$ 、 $2993155353253689637649712351344731544399380480$ 、 $5986310706507379275299424702689463088798760960$ 、 $11972621413014758550598849405378926177597521920$ 、 $23945242826029517101197698810757852355195043840$ 、 $47890485652059034202395397621515704710390087680$ 、 $95780971304118068404790795243031404218780175360$ 、 $191561942608236136809581584486062808437560351040$ 、 $38312388521647227361916316897212561687512062080$ 、 $7662477704329445472383263379442512337502412160$ 、 $15324955408658890944766526758885024675004824320$ 、 $30649910817317781889533053517770049350009648640$ 、 $61299821634635563779066107035540098700019297280$ 、 $12259964326927112755813221407108019700038594560$ 、 $24519928653854225511626442814216039400077189120$ 、 $49039857307708451023252885628432078800154378240$ 、 $98079714615416902046505771256864157600308756480$ 、 $196159429228833804093011542513728315200617512960$ 、 $392318858457667608186023085027456624401232525920$ 、 $784637716915335216372046170054913248802465051840$ 、 $1569275433830670432744092340109826497604930103680$ 、 $3138550867661340865488184680219652995208860207360$ 、 $6277101735322681730976369360439305990417720414720$ 、 $12554203470645363461952738720878611980835440829440$ 、 $25108406941290726923905477441757223961670891658880$ 、 $50216813882581453847810954883514447923341783317760$ 、 $100433627765162907695621909767028895846683766635520$ 、 $200867255530325815391243819534057791693367533271040$ 、 $401734511060651630782487639068115583386735066542080$ 、 $803469022121303261564975278136231166773470133084160$ 、 $1606938044242606523129950556272462333546940266168320$ 、 $3213876088485213046259901112544924667093880532336640$ 、 $6427752176970426092519802225089849334187761064673280$ 、 $12855504353940852185039604450179698668375522129346560$ 、 $25711008707881704370079208900359397336751044258693120$ 、 $51422017415763408740158417800718794673502088517386240$ 、 $10284403483152681748031683560143758934700417703477280$ 、 $20568806966305363496063367120287517869400835406954560$ 、 $41137613932610726992126734240575035738801670813909120$ 、 $82275227865221453984253468481150071477603341627818240$ 、 $164550455730442907968506936962300143555206683255636480$ 、 $329100911460885815937013873924600287110413366511271360$ 、 $658201822921771631874027747849200574220826732022542720$ 、 $1316403645843543263748055495698401148441654464045085440$ 、 $2632807291687086527496110991396802296883308928090170880$ 、 $5265614583374173054992221982793604593766617856180341760$ 、 $10531229166748346109984443965587209187533235712360683520$ 、 $21062458333496692219968887931174418375066471424721367040$ 、 $42124916666993384439937775862348836750132842849442734080$ 、 $84249833333986768879875551724697673500265685698885468160$ 、 $168499666667973537759751103449395470000531373977711371320$ 、 $33699933333594707551950220689879094000106267755434264240$ 、 $67399866667189415103900441379758188000212535510884528480$ 、 $13479973333437893020780088275951637600042507002176905760$ 、 $26959946666875786041560176551903275200085140043533811520$ 、 $5391989333375157208312035310380655040017028008706662240$ 、 $10783978666750314416624070620761310080034056017413324480$ 、 $21567957333500628833248141241522620160068112034826648960$ 、 $4313591466700125766649628248304524032013622469653297920$ 、 $862718293340025153329925649660904806402724493931065840$ 、 $1725436586680050306659851299321809612805448986862131680$ 、 $3450873173360100613319702598643619225610979737324263360$ 、 $6901746346720201226639405197287238451221795474648526720$ 、 $13803492693440402453278810394574476822435909449297053440$ 、 $27606985386880804906557620789148953644871818898594106880$ 、 $55213970773761609813115241578297907289743537797188213760$ 、 $11042794154752321962623048315659581457948707594376437120$ 、 $22085588309504643925246096631319162915897415188752874240$ 、 $44171176619009287850492193262638325831794830377505748480$ 、 $88342353238018575700984386525276651663589660755011496960$ 、 $17668470647603715140196877305055330332717931510022993920$ 、 $35336941295207430280393754610110660665435863020045987840$ 、 $70673882590414860560787509220221321330871726040091975680$ 、 $141347765180829721121575018440442626617544452080183951360$ 、 $282695530361659442243150036880885253235089004160367902720$ 、 $565391060723318884486300073761770506470178008320735805440$ 、 $113078212144663776897260014752354101294035601664147110080$ 、 $22615642428932755379452002950470820258807120332829420160$ 、 $45231284857865510758904005900941640517614240665658840320$ 、 $90462569715731021517808011801883281035228481331317680640$ 、 $180925139431462043035616023603766562070456962662635361280$ 、 $361850278862924086071232047207533124140913925325270722560$ 、 $723700557725848172142464094415066248281827850650541445120$ 、 $1447401115451696344284928188830132496563655701301082890240$ 、 $2894802230903392688569856377660264993127311402602165780480$ 、 $578960446180678537713971275532052998625462280520431156960$ 、 $1157920892361357075427942551064045997250925561040862313920$ 、 $2315841784722714150855885102128091994501851122081724627360$ 、 $4631683569445428301711770204256183989003702244163449247040$ 、 $9263367138890856603423540408512367978007404488326898494080$ 、 $18526734277781713206847080817024735956014808976653796988160$ 、 $37053468555563426413694161634049471912029617953307593976320$ 、 $74106937111126852827388323268098943824059235906615187952640$ 、 $148213874222253705654776646536197887648118471813230375905280$ 、 $296427748444507411309553293072395775296236943626460751810560$ 、 $592855496889014822619106586144791550592473887252921503221120$ 、 $1185710993778029645238213172289583101184947774505843006442240$ 、 $2371421987556059290476426344579166202369895549011686012884480$ 、 $474284397511211858095285268915833240473979109802337302576960$ 、 $948568795022423716190570537831666408947958219604674605153920$ 、 $1897137590044847432381141075663332817895964392093449203027840$ 、 $3794275180089694864762282151326665637791928784186898406055680$ 、 $7588550360179389729524564302653331275583857568373796812111360$ 、 $$