

沈阳红药片的质量标准研究

王艳萍, 王伟东, 孟庆彪, 赵文萃

(中国人民解放军第二〇八医院, 长春 130062)

摘要: 采用 TLC 法分别对方中三七、川芎、当归进行色谱鉴别。采用 RP-HPLC 法测定人参皂甙 R_{g_1} 的含量。结果: 人参皂甙 R_{g_1} 在 0.5~3.5 μ g 范围内有良好的线性关系, 平均回收率为 100.1%, *RSD* 为 1.22%。

关键词: 人参皂甙 R_{g_1} ; 沈阳红药片; 高效液相色谱法; 薄层色谱法

中图分类号: R284.1 **文献标识码:** D **文章编号:** 1005-9903(2001)04-0010-02

沈阳红药片(沈阳红药)处方源于《吉林省药品标准 1986 年》。是由三七、川芎、当归、土鳖虫、红花、白芷六味中药组成, 是临床上应用多年而疗效显著的中药复方制剂, 该方具有活血止痛、去瘀生新之功效。为了有效地控制其质量, 我们研究采用 TLC 法对方中三七、川芎、当归进行色谱鉴别, 用反相高效液相色谱法对三七中的人参皂甙 R_{g_1} 进行含量测定。结果证明本质量标准可有效地控制沈阳红药片的质量。

1 仪器与试药

LC-6A 高效液相色谱仪(日本岛津); SPD-6AV 紫外检测器; 三用紫外线分析仪(上海顾村光电仪器厂); CQX25-06 超声波清洗器(上海必能信超声有限公司)。硅胶 G(青岛海洋化工厂); 人参皂甙 R_{g_1} 对照品(中国药品生物制品检定所); 沈阳红药片(吉林省红石制药厂, 批号: 970610, 970615, 970710); 所用试剂均为分析纯。对照药材三七、川芎、当归均购自吉林省药材公司。

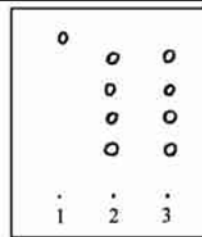
2 鉴别试验

2.1 三七的薄层鉴别 取本品粉末 1g, 加适量水充

分润湿, 再加水饱和正丁醇 15ml, 振摇 10min, 放置过夜。离心后取上清液, 加以正丁醇饱和的水三倍量, 摇匀, 放置。取正丁醇层, 水浴蒸干, 残渣加甲醇 1ml 溶解, 为供试品液。取三七 0.5g, 同供试品液的制备方法制得对照药材溶液。按处方比例制成缺三七的沈阳红药片, 然后同供试液的制备方法制得阴性对照溶液。吸取上述三种溶液各 10 μ l 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以正丁醇-醋酸乙酯-水(4:1:5)的上层液为展开剂, 按上行法展开。取出晾干, 喷以 10% 硫酸乙醇溶液, 于 105 $^{\circ}$ C 烘约 10min。结果: 供试品色谱中在与对照药材色谱的相应位置上显相同的紫红色斑点, 而阴性对照液则无此斑点。见图 1。

2.2 川芎、当归的薄层鉴别

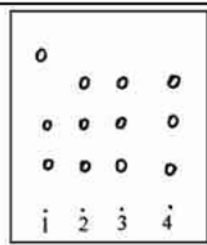
取本品粉末 1g, 加乙醚 50ml, 浸泡过夜。滤过, 滤液挥干, 残渣加甲醇 1ml 溶解, 备用。取川芎、当归各 0.5g, 同供试品液的制备方法制取对照药材液。按处方比例制成缺川芎、当归的沈阳红药片, 然后同供试品液的制备方法制得阴性对照液。分别吸取上述三种溶液各 10 μ l 分别



1. 阴性对照溶液
2. 供试品溶液
3. 对照药材溶液

图 1 三七鉴别 TLC 图

点于同一CMC-Na的硅胶G薄层板上,以醋酸乙酯-石油醚(60-90℃)(15:85)为展开剂,展开,取出晾干。置紫外线分析仪(254nm)下检视。结果:供试品色谱中在与对照药材色谱相应位置上显相同的淡蓝色荧光斑点,而阴性对照液则无此斑点。见图2。



1. 阴性对照溶液
2. 供试品溶液
3. 当归对照药材溶液
4. 川芎对照药材溶液

图2 川芎、当归的TCL图

3 沈阳红药片中人参皂甙 R_{g1} 的含量测定

3.1 色谱条件 Hypersi ODS₂

色谱柱(4.6×250mm);流动相:乙腈-水(30:70);流速1.0ml/min;检测波长:210nm;柱温:室温;灵敏度:0.01AUS。

3.2 供试品溶液的制备 精密称定本品粉末1.0g,加甲醇适量,超声处理20min(40℃),移至10ml量瓶中,加甲醇至刻度。0.45μm滤膜滤过,作为供试品溶液。

3.3 对照品液的制备 准确称取对照品人参皂甙 R_{g1} 适量置于10ml量瓶中,加甲醇配成0.2mg/ml,摇匀,即得对照品溶液。

3.4 阴性对照液的制备 按沈阳红药片处方和制备工艺制备除去三七的阴性对照片,再按上述供试品液的制备方法制备阴性对照液。

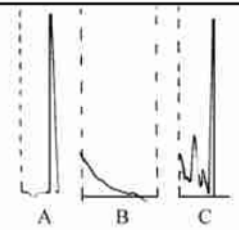
3.5 线性关系考察 依次精密吸取上述人参皂甙 R_{g1} 对照品溶液2.5、5.0、7.5、10.0、12.5、15.0、17.5μl分别进样按上述色谱条件测定峰面积。以人参皂甙 R_{g1} 进样量 X(μg)对峰面积积分值 A 作直线回归,得回归方程: A = 3029.11x - 480.28, r = 0.9999。结果表明:人参皂甙 R_{g1} 在0.5~3.5μg范围内与峰面积呈良好的线性关系。

3.6 精密度考察 精密吸取样品溶液,重复进样5次,所得5个峰面积数据的 RSD 为1.05%。

3.7 重复性考察 取同一批号的样品,分别精密称取5份,制备供试品溶液5份,分别进样5μl,峰面积换算成含量(mg/片),所得5个数据的 RSD 为1.8%。

3.8 稳定性试验 取供试品溶液进样5μl,每隔2h进样1次,共进样12次,所得12个数据的 RSD 为1.1%。表明沈阳红药片在24h内稳定。

3.9 空白干扰试验 精取阴性对照液按上述色谱条件测定,在原人参皂甙 R_{g1} 出峰位置无吸收峰,表明沈阳红药片中的其它组分不干扰人参皂甙 R_{g1} 的测定。见图3。



A. 对照品色谱图
B. 阴性对照色谱图
C. 样品色谱图
图3 人参皂甙 R_{g1} 的HPLC法测定色谱图

3.10 样品测定 取3批沈阳红药片各10片,按供试品溶液制备法处理,照上述色谱条件测定。结果见下表。

沈阳红药片样品测定结果(n=3)

批号	人参皂甙 R _{g1} 含量(mg/片)	RSD%
970610	1.25	0.4
970615	1.24	0.3
970710	1.25	0.4

3.11 回收率测定 采用加样回收法,精取已知含量的沈阳红药片10片,按供试品溶液制备法处理,精密添加人参皂甙 R_{g1} 对照品,按样品测定项下方法测定,结果平均回收率为100.1%,RSD为1.2%(n=5),表明本法具有良好的加样回收率。

4 小结与讨论

采用薄层层析方法鉴别了沈阳红药片中三七、川芎、当归,并建立了三七中人参皂甙 R_{g1} 的RP-HPLC测定法具有简便、准确、灵敏等特点。除用建立沈阳红药片的制备工艺筛选,稳定性试验以及对原料药材、半成品的质量控制,在沈阳红药片研制过程中,凡有需要测定人参皂甙 R_{g1} 含量时,均可采用上述RP-HPLC法。这种测定方法的一致性,减少了误差,简化了操作,有利于保证沈阳红药片的质量稳定。

参考文献:

[1] 刘训红,王玉玺,房克慧,等.中药材薄层色谱鉴别[M].天津科学技术出版社,1990.129.
 [2] 王宝葵.中成药质量标准与标准物质研究[M].北京:中国医药科技出版社,1994.284.
 [3] 吉林省卫生厅.吉林省药品标准(1986)[S].吉林:吉林科学技术出版社,1987.162.
 [4] 毛丽珍,唐红芳,徐世芳.克伤痛擦剂质量标准研究[J].中草药,1998,29(10):662.
 [5] 任喜禾,黄新生.反相高效液相色谱测定三七片中人参皂甙 R_{g1} 的含量[J].中成药,1996,18(14):14.