

薄层扫描法测定镇心痛口服液中人参皂甙 R_{g1} 的含量

李长春, 张金英, 刘显峰(河南省宛西制药股份有限公司, 西峡 474550)

中图分类号: R284.1 文献标识码: D 文章编号: 1005-9903(2000)01-0018-02

镇心痛口服液为我公司的新产品, 属新药三类, 由党参、三七、延胡索、地龙、肉桂等 9 味中药制成的口服液制剂, 具有益气活血, 祛痰通络, 宽胸止痛之功效, 用于气虚血瘀痰阻型胸痹及冠心病心绞痛等症。原标准中^[1]以人参皂甙 R_{g1} 计算, 采用比色法测定三七总皂甙, 专属性差。现采用薄层扫描法测定三七中人参皂甙 R_{g1} 的含量, 无杂质干扰, 专属性强, 重现性好, 便于控制产品质量。

1 仪器与试剂

CAMAG SCANNER- II 型扫描仪(瑞士), 软件分析系统 CATS3.15(CAMAG 公司) 定量毛细管(美国 Drunrnond), NANOMAT II 型点样仪, 岛津 SPD- II 喷雾器, 硅胶 G(青岛海洋化工厂), 人参皂甙 R_{g1} 对照品(中国药品生物制品检定所, 批号为 0703-9509), 镇心痛口服液(河南省宛西制药股份有限公司), 所用试剂均为分析纯。

2 供试品溶液及对照品溶液的制备

供试品溶液的制备: 精密量取样品 10ml, 置分液漏斗中用乙醚提取两次, 每次 20ml, 弃去醚层, 水层用水饱和的正丁醇提取 4 次, 每次 20ml, 合并正丁醇液, 用正丁醇饱和的水洗涤两次, 每次 20ml, 弃去水层, 残渣加甲醇溶解, 定量转至 5ml 量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液。

对照品溶液的制备: 称取人参皂甙 R_{g1} 对照品 4.25mg 置 5ml 量瓶中, 加甲醇使溶解并稀释至刻度, 制成每 1ml 中含人参皂甙 R_{g1} 0.85mg 的溶液, 作为对照品溶液。

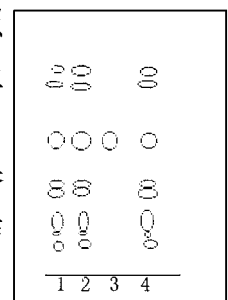
3 实验及实验条件^[2]

3.1 色谱条件 将对照品溶液与供试品溶液分别点于同一 0.3% CMC-Na 硅胶 G 薄层板上, 以氯仿-甲醇-水(65: 35: 10) 10℃以下放置的下层液为展开剂, 展开, 取出晾干, 喷以 10% 硫酸乙醇溶液, 105℃烘至显色清晰, 取出在薄层板上覆盖同样大小的玻璃板, 周围用胶布固定。采用单波长线性扫描, 狭缝 0.3×4, 对斑点从 400~700nm 扫描, 得一吸收曲线, 人参皂甙 R_{g1} 最大吸收波长为 526nm, 故选择 λ_s = 526nm。

3.2 线性关系考察 取人参皂甙 R_{g1} 对照品甲醇溶液(0.85mg/ml) 在同一硅胶 G 薄层板上分别点样 1、2、3、4、5μl, 按上述条件测定, 结果如表 1。回归方程 $Y(\mu\text{g}) = 0.00246551x - 0.20804$, $r = 0.9997$, 线性范围 0.85~4.25μg。

3.3 稳定性试验 取对照品溶液和供试品溶液, 按上述方法测定, 每隔 15, 30, 60, 120min, 扫描 1 次, 测定人参皂甙 R_{g1} 吸收度积分值, 结果 2h 内稳定, $RSD = 0.7\%$ ($n = 5$)。

3.4 精密度试验 在同一块硅胶 G 板上精密点等量人参皂甙 R_{g1} 对照品 5 个点, 按上述方法扫描测定, 5 个点平均积分值 $X = 1439$, $RSD = 0.20\%$ 。然后在 5 块硅胶 G 板上精密点等量人参皂甙 R_{g1} 对照品各 1 个点, 5 个点的平均积分值 $X = 1428$, $RSD = 0.3\%$ 。



1 为 980301 样品
2 为 970302 样品
3 为人参皂甙 R_{g1} 对照品
4 为 981201 样品
图 1 镇心痛口服液薄层色谱图

3.5 样品的含量测定 照上述样品溶液及对照品溶液的制备方法,制备供试品溶液及对照品溶液。精密吸取供试品、对照品溶液各1 μ l和2 μ l,分别交叉点于同一硅胶G薄层板上,按色谱条件测定。根据对照品与供试品斑点吸收峰面积积分值计算含量,3批980301、980302、981201样品含量分别为0.68,0.55,0.70mg/ml,色谱图见图1。

3.6 阴性对照试验 取缺三七的阴性对照样品,照样品测定方法点样,展开,在阴性对照样品色谱中,与人参皂甙R_{g1}对照品相对应的位置上,无相应的斑点,并扫描,结果阴性对照样品对含量测定无干扰。

3.7 重现性试验 取同一批号样品,取5份同时按上述方法进行含量测定,平均为0.67mg/ml, $RSD=0.4\%$ 。

3.8 加样回收率试验 精密量取已知含量的样品5份(10ml),加入精密称定的人参皂

甙R_{g1}对照品适量。照样品测定方法测定,计算,平均回收率98.8%, $RSD=1.78\%$ 。

4 讨论

三七中含多种皂甙,人参皂甙Re、Rb₁、R_{g1}和三七皂甙R₁、C₁、D₁、D₂、E₁、人参三醇、人参二醇,其中以人参皂甙R_{g1}含量较高,在常用展开系统氯仿-甲醇-水下展开,人参皂甙R_{g1}斑点与其它组分斑点分离较好,无杂质干扰,采用薄层扫描法测定其成份,结果准确、可靠,故选择人参皂甙R_{g1}作为含量测定指标。

参考文献:

- [1] 朱新成,焦振,刘显峰,等.镇心痛口服液质量标准研究[M].中国实验方剂学杂志,1996,2(6):6~9
- [2] 中华人民共和国药典[M].广州:广东科学技术出版社,1995.579~580

(收稿日期:1999-05-13)