

薄层色谱扫描法测定三七伤药胶囊中人参皂苷 Rb_1 、 Rg_1 的含量

★ 郑耀东 (广东省汕头市皮肤性病防治院 汕头 515000)

关键词:三七伤药胶囊;人参皂苷 Rb_1 、 Rg_1 ;薄层色谱扫描法
中图分类号:R 284.1 文献标识码:A

三七伤药胶囊为国家部颁标准品种,原质量标准中含量测定为测定柚皮苷含量。由于不同厂家生产的三七伤药胶囊中柚皮苷含量相差较大,本文采用薄层扫描法对方中三七所含人参皂苷 Rb_1 及人参皂苷 Rg_1 进行测定,以多成分共同控制成品质量。

1 仪器与试剂

CAMAG TLC SCANNER III 型薄层色谱扫描仪,瑞士;CAMAG AUTOMATIC TLC SAMPLER IV 型全自动点样仪,瑞士;高效薄层硅胶 G 板,购于德国 Merk 公司;所用试剂均为分析纯。样品分别购于广州一致药店,人参皂苷 Rb_1 、 Rg_1 ,由中国药品生物制品检定所提供。

2 方法与结果

2.1 薄层色谱条件 层析板:Merk 高效薄层硅胶板。展开剂:氯仿-醋酸乙酯-甲醇-水(10:20:11:5)在 10℃ 以下放置后的下层溶液为展开剂,上行展开 10 cm。

2.2 对照品溶液的制备 取人参皂苷 Rb_1 、 Rg_1 对照品,加甲醇制成每 1 mL 各含人参皂苷 Rb_1 0.516 mg、人参皂苷 Rg_1 0.568 mg 的混合溶液,作为对照品溶液。

2.3 线性关系的考察 分别精密吸取对照品溶液 2、4、6、8、10 μ L,点于同一硅胶 G 薄层板上,按拟定条件展开,显色后置扫描仪上进行测定。以对照品量为横坐标,斑点峰面积积分值为纵坐标作图,得标准曲线。人参皂苷 Rb_1 : $Y = 825.607 + 2035.572X$, $r = 0.99992$ 。人参皂苷 Rg_1 : $Y = 1154.029 + 1507.121X$, $r = 0.99995$ 。表明人参皂苷 Rb_1 在

1.032~5.160 μ g 之间呈线性关系,人参皂苷 Rg_1 在 1.136~5.680 μ g 之间呈线性关系。

2.4 精密度试验 精密吸取上述对照品溶液 5 μ L 重复进样 5 次,测得峰面积积分值 $RSD < 2\%$ 。

2.5 稳定性试验 取同一样品供试液,按上述色谱条件测定 5 次,每次间隔 2 小时,结果 $RSD < 2\%$,表明 8 小时内稳定。

2.6 重复性试验 按拟定的含量测定方法,对同一批样品分别制备供试液,测得峰面积并计算含量, $RSD < 2\%$ 。

2.7 回收率试验 取已知含量的样品,分别精密加入一定量的人参皂苷 Rb_1 、 Rg_1 对照品,按供试品制备与测定方法,在上述色谱条件,平行做 5 组,结果见表 1、2。

表 1 人参皂苷 Rb_1 回收率测定结果

序号	样品中人参皂苷 Rb_1 的量/mg	加入人参皂苷 Rb_1 的量/mg	测得人参皂苷 Rb_1 的量/mg	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	2.022	0.516	2.520	96.51	100.00	1.19
2	2.022	0.516	2.527	97.88		
3	2.022	0.774	2.770	98.73		
4	2.022	0.774	2.788	98.97		
5	2.022	1.032	3.049	99.52		
6	2.022	1.032	3.056	100.19		

表 2 人参皂苷 Rg_1 回收率测定结果

序号	样品中人参皂苷 Rg_1 的量/mg	加入人参皂苷 Rg_1 的量/mg	测得人参皂苷 Rg_1 的量/mg	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	2.075	0.568	2.628	97.36	99.21	1.33
2	2.075	0.568	2.635	98.59		
3	2.075	0.852	2.913	98.36		
4	2.075	0.852	2.921	99.30		
5	2.075	1.136	3.214	100.26		
6	2.075	1.136	3.227	101.41		

2.8 样品测定 取本品内容物约 1.3 g,精密称定,

10 种理血药的功效与无机元素含量关系的研究

★ 廖立红 刘晓瑜 (江西省卫生学校 南昌 330029)

★ 冯江 (江西医学院 南昌 330006)

摘要:目的:为了探讨理血药与无机元素含量的关系。方法:用火焰原子吸收光谱法等检测了 10 种理血药中的 15 种无机元素含量,用 SPSS 统计软件分析了理血药的药效与无机元素含量的关系。结果:止血药与活血药之间 Fe、Mn、Cu、Co、Ni、Pb、Cd 的含量差异在统计学上有显著性意义。结论:结果表明理血药的药效与部份无机元素含量有关。

关键词:理血药;功效;无机元素

中图分类号:R 284.1 **文献标识码:**A

理血药是中医临床常用中药,其功效与无机元素含量的关系报道甚少。本文为了探讨中药的活血和止血作用与无机元素的关系,用火焰原子吸收光谱法检测了 10 种理血药中的 15 种无机元素含量,用 SPSS 统计软件分析了理血药的药效与无机元素

含量的关系,现将研究结果报道如下:

1 材料与方法

1.1 药材样品 从主产地采取了 10 种理血的生药材,其中活血药 5 种,止血药 5 种,并从形态学上进行了鉴定,确定其药材的学名,10 种生药材样品的

置索氏提取器中,加甲醇适量,加热提取至甲醇无色,取甲醇提取液,水浴蒸干,残渣加水适量溶解,至分液漏斗中,用水饱和的正丁醇萃取 3 次,每次 20 mL,合并正丁醇液,加氨试液振摇提取 3 次,每次 20 mL,弃去氨试液,正丁醇层继用正丁醇饱和的水洗涤 2 次,每次 20 mL,弃去水液,正丁醇层蒸干,残渣加甲醇 5 mL 使溶解,作为供试品溶液。另取人参皂苷 Rb₁、Rg₁ 对照品,加甲醇制成每 1 mL 各含人参皂苷 Rb₁ 0.516 g、人参皂苷 Rg₁ 0.568 mg 的混合溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(《中国药典》2000 年版一部附录 VIB)试验,精密吸取供试品溶液 5 μ L、对照品溶液 4 μ L、8 μ L,分别交叉点于同一硅胶 G 薄层板上,以氯仿-醋酸乙酯-甲醇-水(15:40:22:10)10 $^{\circ}$ C 以下放置的下层溶液为展开剂,上行展开 10 cm,取出,晾干,喷以 10% 硫酸乙醇溶液,在 105 $^{\circ}$ C 加热至斑点显色清晰,取出,在薄层板上覆盖同样大小的玻璃板,周围用胶布固定,照薄层色谱法(《中国药典》2000 年版一部附录 VIB 薄层扫描法)进行扫描,波长: $\lambda_s = 510$ nm, $\lambda_R = 700$ nm,测定供试品吸收度积分值与对照品吸收度积分值,计算,即得。测定结果见表 3。

表 3 样品含量测定结果($n=2$)

批号	人参皂苷 Rb ₁ 含量/mg·粒 ⁻¹	人参皂苷 Rg ₁ 含量/mg·粒 ⁻¹	总和 /mg·粒 ⁻¹	RSD (%)
020502	0.303	0.575	0.878	1.41
020601	0.315	0.485	0.800	1.36
020614	0.328	0.422	0.750	1.26
020701	0.477	0.515	0.992	1.14
020703	0.429	0.581	1.010	1.23
020708	0.479	0.502	0.981	1.46

3 讨论

(1)由上述测定结果可以看出,不同批号样品所含人参皂苷 Rb₁、Rg₁ 总含量相差不大,建议可结合柚皮苷含量,共同控制成品质量。

(2)曾采用药典法^[1]测定制剂中人参皂苷 Rb₁ 及人参皂苷 Rg₁ 的含量,由于方中药味较多,三七药量较少,背景干扰较大,经参考文献[2]不断试验,采用本文所述方法,可以较好解决上述问题。

参考文献

- [1]国家药典委员会. 中华人民共和国药典(一部)[M]. 北京:化学工业出版社,2000.10
- [2]苗明三. 现代实用中药质量控制技术[M]. 北京:人民卫生出版社,2000.36

(收稿日期:2004-02-09)