

金疮无忧散质控方法研究

天津中医学院中药系(300193)

张墨雷* 肖学风 金慧玲

摘要 应用薄层扫描法测定金疮无忧散中人参皂甙 R_{g1} 的含量,以监控药品质量。

关键词 金疮无忧散 薄层扫描法 人参皂甙 R_{g1}

金疮无忧散是我们研制的外用新药,具有显著的清热解毒、消肿止痛作用。本品由三七、血竭、乳香、没药等13味药组成,其中三七含人参皂甙 R_{b1} 、人参皂甙 R_{g1} 与三七皂甙均可供作测定指标,经实验确定,以测定人参皂甙 R_{g1} 的含量作为控制制剂的质量,此法简单,结果准确,重现性好。

1 仪器与药品

日本岛津CS-930型薄层扫描仪;微量毛细管(Drummond Co);硅胶预制板(青岛海洋化工厂,规格 $10 \times 20 \text{cm}^2$);人参皂甙 R_{g1} (中国药品生物制品检定所);金疮无忧散(自己制备);所用试剂均为分析纯。

2 实验条件

2.1 层析条件:硅胶G板于 110°C 活化30min,置干燥器中备用。以氯仿-乙酸乙酯-甲醇-水(20:40:22:10)10℃以下放置的下层溶液为展开剂,展距为10cm。展开后,取出立即吹干,以10%硫酸乙醇溶液为显色剂,在 110°C 下烘约15min至黄色斑点清晰。

2.2 扫描条件:单波长反射法直线扫描 $\lambda_s = 540 \text{nm}$,狭缝 $6 \times 0.4 \text{mm}$,线性参数 $S_x = 3$ 。

3 样品测定及回收率测定

3.1 标准曲线绘制:以人参皂甙 R_{g1} 为标准品,加甲醇配成标准点样液,浓度为 $1 \mu\text{g}/\mu\text{l}$ 。按上述条件展开后,进行扫描测定(表)。结果表明:人参皂甙 R_{g1} 在3~6 μg 之间浓度与峰面积呈一条不通过原点的直线,线性回归得直线方程: $B = 406A - 794$, $r = 0.9961$ 。

表 R_{g1} 标准液点样扫描结果

总样量(μl)	3	4	5	6
含量(μg)	3	4	5	6
积分量	461.519	764.187	1262.348	1650.121

3.2 样品提取及含量测定:精称金疮无忧散1.9g,加石油醚40ml,于 50°C 浸渍30min,时时振摇,弃去石油醚液,残渣挥干,加氯仿40ml,超声处理20min,滤过,残渣挥干,加用水饱和的正丁醇20ml,超声处理30min,滤过,滤液用0.5%氢氧化钠溶液振摇洗涤2次,每次20ml,再用水洗涤至呈中性,正丁醇溶液置水浴上蒸干,残渣加甲醇0.5ml使溶液,作为供试品溶液。

用微量毛细管精密吸取 $3 \mu\text{l}$ 供试品溶液,点样,按标准曲线下的操作进行扫描测定。以人参皂甙 R_{g1} 标准液作随行标准,测定样品中含人参皂甙为 0.6579mg/g (3次测定平均值)。

3.3 回收率测定:精取已测得含量的样品液,加入相同含量的人参皂甙 R_{g1} 标准液,按上述方法进行扫描测定,测得回收率为93.57%(3次测定平均值)。

4 小结

实验表明:采用薄层扫描法来测定药品中人参皂甙 R_{g1} 的含量,此方法简便,结果稳定,重现性好,分离效果理想,适宜厂家在生产中作为质量控制方法。

(1994-03-18收稿)

* Address: Zhang Molei, Department of Chinese Materia Medica, Tianjin College of Traditional Chinese Medicine, Tianjin