

薄层扫描法测定片仔癀中人参皂甙 R_{g1} 的含量

福建省药品检验所(福州 350001) 潘馨* 谢敏

摘要 应用薄层扫描法测定片仔癀中人参皂甙 R_{g1} 的含量,平均回收率 98.23%,RSD=2.15%。

实验结果表明该法可行,重现性好。

关键词 片仔癀 人参皂甙 R_{g1} 薄层扫描法

片仔癀是由麝香、三七、牛黄、蛇胆等中药组成,具有消炎、解毒、止痛的功效。用于急、慢性肝炎及一切炎症引起的疼痛。本制剂主要成分为三七,占全量的 85%。其中麝香、牛黄中主要成分含量测定均有报道,制剂中主要成分三七含量测定未见报道。我们采用薄层扫描法测定三七中人参皂甙 R_{g1} 含量,分析结果满意。

1 仪器和试剂

岛津 CS-930 薄层扫描仪,DR-2 型微处理机,瑞士 CAMAG 公司薄层铺板机,微量点样毛细管(日本),硅胶 G(青岛海洋化工厂)。

人参皂甙 R_{g1} (中国药品生物制品检定所),所用试剂均为分析纯。

片仔癀(漳州片仔癀集团)。

2 实验条件

2.1 薄层层析条件:硅胶 G 薄层板(取硅胶 G,加 3 倍量水,研匀,以自动铺板仪铺板,厚度 0.3 mm),室温自然干燥后,备用。

展开剂:氯仿-甲醇-水(65:35:10)(在 12℃ 以下静置 12 h,下层溶液。

显色剂:10%硫酸乙醇液喷雾,置 105℃

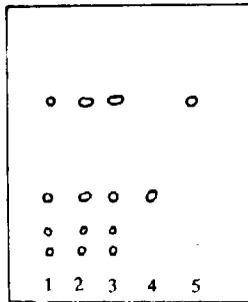


图 1 片仔癀中人参皂甙 R_{g1} 薄层图

1、2、3-样品
4-缺三七样品 5- R_{g1}

烘箱中烘 8~10 min,呈现清晰紫红色斑点。见图 1。

2.2 扫描条件:反射法锯齿扫描,双波长 $\lambda_s = 510 \text{ nm}$, $\lambda_R = 700 \text{ nm}$,光束狭缝 1.2 mm × 1.2 mm,线性化参数 $S_X = 3$ 。

3 方法及结果

3.1 对照品溶液的制备:精密称取人参皂甙 R_{g1} 对照品,加甲醇制成每毫升含 0.5 mg 的溶液,作为对照品溶液。

3.2 标准曲线的制备:精密吸取人参皂甙 R_{g1} 对照品溶液 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 μL ,分别点于同一薄层板上,按上述薄层层析、扫描条件测定,以对照品点样量为横坐标,以峰面积积分值为纵坐标,绘制标准曲线,回归方程为: $Y = 672.14 + 3625.48X$, $r = 0.9991$,表明人参皂甙 R_{g1} 在 0.5~2 μg 范围内呈良好的线性关系。

3.3 样品溶液的制备:精密称取片仔癀 0.4 g,至索氏提取器中,加甲醇适量,加热提取 6 h,将甲醇液置水浴上蒸至约 5 mL,倒入中性氧化铝 1 g,搅匀,挥干溶剂,加入已处理好的中性氧化铝柱(100~200 目,3 g,内径 15~20 mm)上,用 50%乙醇洗脱,收集洗脱液 100 mL,置水浴上蒸干,残渣加甲醇溶解并定量转移至 5 mL 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,即得。

3.4 稳定性试验:吸取人参皂甙 R_{g1} 对照品溶液点于薄层板上,展开,显色,每隔 30 min 测定一次。结果表明在 2 h 内斑点峰面积稳定,RSD=1.25%($n=5$)。

* Address: Pan Xin, Fujian Provincial Institute for Drug Control, Fuzhou

3.5 精密度试验:取同一供试品同量点于不同薄层板上,展开,显色,测定,RSD=1.21% ($n=5$)。

3.6 加样回收率试验:精密称取已知含量的片仔癀 0.4 g,准确加入人参皂甙 R_{g1} 对照品适量,按样品测定法测定,平均回收率为 98.23%,RSD=2.15% ($n=5$)。

3.7 样品测定:吸取样品溶液 5 μ L,对照品溶液 2 μ L,分别点于同一薄层板上,展开,显色,进行扫描测定。结果见表 1。

表 1 片仔癀中人参皂甙 R_{g1} 含量测定结果(%)

批号	含量(%) ($n=3$)	RSD(%)
920307	2.26	1.24
930513	2.64	1.74
930518	2.48	1.28
931028	2.34	1.67

3.8 阴性液干扰考察:将不含三七的处方制成的制剂,按上述样品测定法测定,阴性对照无干扰。

4 讨论

4.1 样品处理:采用过中性氧化铝柱法,可以除去杂质,使杂质斑点明显减少。试验中提取液曾用正丁醇萃取,水洗法前处理,结果含量较低,且操作时间长。

4.2 实验中,曾采用正丁醇-乙酸乙酯-水(4:1:5),氯仿-乙酸乙酯-甲醇-水(15:40:22:10)为展开剂,由于其它斑点干扰,不理想。

(1996-11-15 收稿)

番红花挥发油 GC-MS 分析测定

中国药科大学中药分析教研室(南京 210009)

周素娣* 陈祝林**

中国药科大学分析计算中心

彭建和

摘要 国产番红花经水蒸汽蒸馏的挥发油,用 SE-30 石英毛细管高效 GC-MS 数据系统联用技术分析出 15 个化学成分以及各组分的百分质量。

关键词 番红花 挥发油 GC-MS

番红花为鸢尾科植物番红花 *Crocus sativus* L. 的干燥柱头。性能:甘、平,入心、肝经,系久负盛名的活血化瘀、解郁之植物药,原产地中海沿岸国家。现在我国上海、江苏、浙江等地有栽培,并出口。

本品的药用部位为柱头,主要含多种番红花甙,还含有挥发油 0.4%~1.3%,油中主要含番红花醛(safranal, $C_{10}H_{14}O$),为番红花苦甙之分解产物。其次含桉脑,蒎烯等^[1]。番红花,我国早在《回回药方》中作中药应用^[2]。在国外,番红花被广泛当作香料和食品

佐料及染料,其药理作用为镇静祛痰、刺激、解痉,用于胃痛、调经等,也可用于治疗痢疾、麻疹发热、黄疸、肝脾肿大、泌尿道感染、糖尿病等,甚而有时冒险作流产药^[3]。番红花酊剂和干制品可用于配制露酒和调味品的香料以及软饮料、烘烤食品与肉类食品的加香。调制特殊风味的菜肴,如具料兰风味的煨饭和浓炖鱼^[4]。

番红花的质量主要取决于它的染色能力(1974 年国际标准),但是最好质量还要加上 safranal 最高含量的要求。鉴于此,番红花的

* Address: Zhou Sudi, Dept. of Analysis Chinese Materia Medica, China Pharmaceutical University, Nanjing ** 本校 92 届毕业生