

· 药剂与工艺 ·

HPLC测定金森脑泰粉针剂中三七皂苷 R_1 含量

权丽辉,赵淑平,薛 岚,徐丽珍,杨世林*

(中国协和医科大学 中国医学科学院药用植物研究所,北京 100094)

摘要:目的 运用 HPLC建立金森脑泰粉针剂中三七皂苷 R_1 的含量测定方法。方法 采用 ODS色谱柱($5\mu\text{m}$, $250\text{mm}\times 4.6\text{mm}$),流动相为甲醇-水(55:45),流速 $1\text{mL}/\text{min}$,检测波长: 203nm 。结果 该法回收率 97.00%, $RSD=1.60\%$ ($n=5$)。结论 本法操作简便、准确,为测定金森脑泰粉针剂中三七皂苷 R_1 含量提供了可靠方法。

关键词: 金森脑泰粉针剂;三七皂苷 R_1 ; HPLC

中图分类号: R927.2 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2001)06-0502-02

Determination of notoginsenoside R_1 in JINSENNAOTAI POWDER INJECTION by HPLC

QUAN Li-hui, ZHAO Shu-ping, XUE Lan, XU Li-zhen, YANG Shi-lin

(Institute of Medicinal Plant Development, Chinese Academy of Medical Sciences and Beijing Union Medical College, Beijing 100094, China)

Abstract **Object** To establish a method for the determination of notoginsenoside R_1 in JINSENNAOTAI POWDER INJECTION by HPLC. **Methods** The determination was carried out with ODS column ($5\mu\text{m}$, $250\text{mm}\times 4.6\text{mm}$), using methanol-water (55:45) as the mobile phase at a flow rate of $1\text{mL}/\text{min}$ and detected at the wavelength 203nm . **Results** The recovery of this method was 97.00%, and RSD was 1.60% ($n=5$). **Conclusion** The method was simple and accurate and could be used to determine notoginsenoside R_1 in JINSENNAOTAI POWDER INJECTION.

Key words JINSENNAOTAI POWDER INJECTION; notoginsenoside R_1 ; HPLC

* JINSENNAOTAI POWDER INJECTION is a preparation composed of *Radix Puerariae*, *Radix Notoginseng* and *Radix Panacis Quinquifolii* with the actions to promote blood circulation and prevent channel blockade.

金森脑泰粉针剂由三七、葛根、西洋参等中药组成,具有活血化瘀、清补通络作用,主治中风病中经络风痰、瘀血痹阻络脉的急性期患者。我们选择三七皂苷 R_1 作为含量测定对象,建立了金森脑泰粉针剂中三七皂苷 R_1 的测定方法。

1 仪器、试剂和样品

1.1 仪器: Waters高效液相色谱仪,二极管阵列检测器,2010软件工作站。

1.2 试剂与样品: 甲醇: 色谱纯;水为重蒸水;金森脑泰粉针剂为本所新药室提供;三七皂苷 R_1 由中国药品生物制品检定所提供。

2 实验方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱 ODS($5\mu\text{m}$, $250\text{mm}\times 4.6\text{mm}$),流动相: 甲醇-水(55:45),波长: 203nm ,流速: $1\text{mL}/\text{min}$ 。

2.2 样品制备及方法可行性考察: 三七皂苷 R_1 对照溶液: 精密称取三七皂苷 R_1 5mg ,置 2mL 容量瓶中,甲醇溶解至刻度。

样品溶液制备: 精密称取金森脑泰粉针剂 110mg 水溶解,用氨试液饱和的正丁醇萃取 3次(15mL , $10\text{mL}\times 2$),合并正丁醇提取液,用正丁醇饱和的氨试液洗涤 2次($15\text{mL}\times 2$),弃去氨试液,正丁醇蒸干,残渣加甲醇溶解,转移至 10mL 容量瓶中并稀释至刻度,摇匀, $0.45\mu\text{m}$ 微孔滤膜过滤,作为供试品溶液。

阴性溶液制备: 另取相当量不含三七皂苷 R_1 的阴性样品,照供试品溶液项下制备成阴性样品溶液。

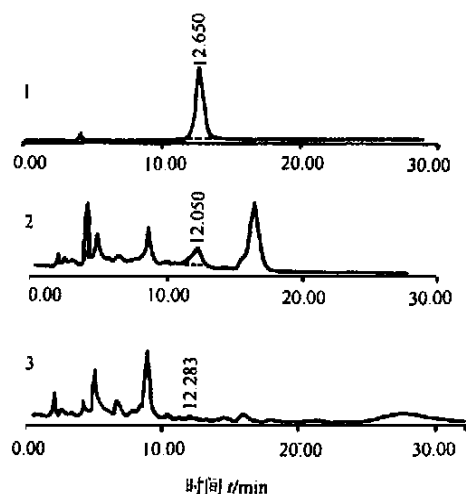
分别吸取三七皂苷 R_1 对照品溶液、供试品溶液和阴性样品溶液 $10\mu\text{L}$ 注入 HPLC仪,绘制色谱图,见图 1 其理论塔板数为 2581,样品中三七皂苷

* 收稿日期: 2000-08-28

基金项目: 国家新药基金项目(96-901-05-105)

作者简介: 权丽辉,北京人,主管技师,大专,主要从事药物分析,主要论文《HPLC法测定血塞通粉针剂中人参皂苷 R_{g1} 含量》发表在《中成药》杂志 2000年第 8期。

R_t 峰与相邻峰分离度分别为 1.60 和 2.0, 且阴性样品在相同位置没有干扰。



1-三七皂苷 R_t , 2-样品, 3-阴性对照

图 1 样品的 HPLC 图

2.3 线性关系: 分别精密吸取对照组品溶液 20, 40, 60, 80, 100, 120, 140 μ L 置 1 mL 容量瓶中, 甲醇稀释至刻度。分别注入 10 μ L, 按上述色谱条件测定, 以峰面积为纵坐标, 标准品量为横坐标, 绘制标准曲线, 求得回归方程 $Y = 302.387X + 1.867$, $r = 0.9994$, 线性范围 0.516~3.612 μ g。

2.4 样品测定: 精密吸取供试品溶液 10 μ L, 按上述色谱条件测定, 用外标法计算金森脑泰粉针剂中三七皂苷 R_t 含量, 结果见表 1。

表 1 金森脑泰粉针剂中三七皂苷 R_t 含量

批号	毫克/皮	$RSD\%$ ($n=5$)
970901	3.50	1.75
970910	2.84	1.37
970920	2.68	1.04

2.5 仪器精密度和样品稳定性、重复性试验: 在相同色谱条件下, 精密吸取三七皂苷 R_t 标准品溶液 10 μ L, 重复 6 次, 测定标准品溶液峰面积积分值, $RSD = 0.66\%$ 。取同一供试品溶液 10 μ L, 每隔 40 min 进样, 测定 6 次, $RSD = 0.99\%$, 表明样品在 4 h 内稳定。取同一批样品测定 5 次, 三七皂苷 R_t 含量为 3.50 毫克/皮, $RSD = 1.75\%$ 。

2.6 回收率测定: 精密称取已知三七皂苷 R_t 含量的金森脑泰粉针剂若干份, 分别加入一定量的三七皂苷 R_t 对照品, 按样品溶液制备和测定方法项下操作测定, 结果平均回收率 97.00%, $RSD = 1.60\%$ 。

3 讨论

3.1 流动相的选择: 实验结果表明, 甲醇-水 (55:45) 分离最为理想。

3.2 三七皂苷一般提取方法为 0.1 mol/L 氢氧化钠或水饱和正丁醇提取, 实验中我们发现氢氧化钠饱和正丁醇提取其残留物呈碱性, 会影响色谱柱的寿命; 水饱和正丁醇提取时, 振摇后有乳化现象, 不易分层。为此, 我们改用氨试液饱和正丁醇提取, 由于氨容易挥发, 这样既延长了色谱柱的使用寿命又避免了振摇时产生的乳化现象。

湿疹喷雾剂提取工艺的研究

何 群, 郭国华, 郭 昱, 赵碧清, 陈文谊*

(湖南中医学院, 湖南 长沙 410004)

摘要: 目的 为确定湿疹喷雾剂的最佳提取工艺条件。方法 建立了丹皮酚、黄芩苷的定量方法并用于评价工艺, 采用正交实验设计优选该制剂的最佳提取方案。结果 用 80% 乙醇回流提取两次; 加醇量分别为药材量的 10、8 倍; 回流时间分别为 1.5、1.0 h; 回流水浴温度控制在 (90 $\pm$ 2) $^{\circ}$ C 左右。结论 按此条件操作, 提取效率最高, 提取工艺最为合理。

关键词: 湿疹喷雾剂; 提取工艺; 正交实验设计; 丹皮酚; 黄芩苷

中图分类号: TQ461 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2001)06-0503-04

* 收稿日期: 2000-08-23

作者简介: 何 群 (1958-) 女, 湖南长沙人。1982年毕业于沈阳药科大学药学系药学专业, 理学学士学位。1987年调入湖南中医学院药剂教研室任教, 1988年定为药剂学讲师; 1998年晋为药剂学副教授。长期从事药物制剂工艺、质量、剂型与疗效方面的研究。曾主持湖南省中医管理局计划科研课题 1 项 (待鉴定); 参与湖南省教委计划科研课题 1 项 (在研)。发表学术论文共 18 篇, 其中第一作者 14 篇 (国家级 12 篇, 省级 2 篇); 出版著作 1 部 (“不要乱吃药”共 50 万字; 第一主编)。Tel 5686164 (O) 5381365 (H)。

* 本院药学系 94 级实习生