

跌打红药片的质量标准研究

★ 饶印保 (江西中医学院科技学院 南昌 330025)
★ 胡齐堂 (江西聚尔美制药有限公司 南昌 330223)
★ 彭晓俊 (江西省药物研究所 南昌 330029)

关键词:跌打红药片;人参皂苷 Rg1;质量标准

中图分类号:TQ 460.7 文献标识码:A

跌打红药片是由三七、红花、当归、川芎、白芷、土鳖虫共 6 味药组成的复方制剂,收载于《中华人民共和国卫生部药品标准》,功能活血止痛,去瘀生新。用于跌打损伤,筋骨瘀血肿痛,风湿麻木。原标准中无定性鉴别和含量测定。为了更好地控制本品质量,本文采用薄层色谱法及高效液相色谱法分别对方中主药三七进行了定性与定量研究。

1 仪器与试剂

大连依利特高效液相色谱仪;电子天平;250 型超声波清洗器;电热恒温水浴锅;薄层层析硅胶 G(中国青岛海洋化工集团公司生产);三七对照药材、人参皂苷 Rg1 对照品(中国药品生物制品检定所);乙腈为色谱纯,其它试剂均为分析纯。

2 薄层鉴别

2.1 供试品溶液的制备 取本品 5 片,除去糖衣,研细,加甲醇 20 mL,加热回流 1 小时,放冷,滤过,滤液蒸干,残渣加水饱和的正丁醇 30 mL 溶解,加氨试液洗涤 2 次,每次 20 mL,正丁醇液蒸干,残渣加甲醇 1 mL 使溶解,作为供试品溶液。

2.2 阴性对照溶液的制备 取缺三七药材制成的阴性样品 5 片,照供试品溶液的制备方法制成阴性对照溶液。

2.3 对照药材溶液的制备 取三七对照药材 0.25 g,照供试品溶液的制备方法制成对照药材溶液。

吸取上述 3 种溶液各 10 μ L,分别点于同一硅胶 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,展开,取出,晾干,喷以 10% 硫酸乙醇溶液为显色剂进行显色,105 $^{\circ}$ C 加热数分钟,置日光下检视。结果供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。且阴性对照无干扰。

3 含量测定

3.1 色谱条件 色谱柱:Alltima C₁₈ 5 μ m(4.6 mm $\times$ 250 mm);流动相:乙腈-0.1% 磷酸水溶液(22:78);流速 1.0 ml/min;柱温:30 $^{\circ}$ C;检测波长 203 nm;理论板数以人参皂苷 Rg1 峰计,不小于 5 000。

3.2 标准曲线的制备 分别精密吸取浓度为 1.134 5 mg/mL 的人参皂苷 Rg1 对照品溶液 1、1.5、2、2.5、3 mL 置 10 mL 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀。分别从各对照品溶液中,精密吸取 10 μ L,按上述色谱条件测定峰面积,以峰面积积分值为纵坐标,对照品量为横坐标绘制曲线,计算回归方程为:Y=363 396X-1393 3, r=0.999 9。表明人参皂苷 Rg1 在 1.134 5~3.403 5 μ g 范围内线性关系良好。

3.3 干扰性实验 取本品 10 片,除去糖衣,精密称定,研细,精密称取 0.5 g,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇 50 mL,称定重量,超声处理[功率 250 W,频率(26.5 $\pm$ 1 kHz)]90 分钟,放置至室温,称定重量,用甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,精密量取续滤液 25 mL,置蒸发皿中,蒸干,残渣加水饱和的正丁醇 30 mL 使溶解,加氨试液提取 3 次,每次 15 mL,合并氨试液提取液,再用水饱和的正丁醇提取 2 次,每次 15 mL,与上述正丁醇液合并,蒸干,残渣加甲醇适量使溶解,转移至 10 mL 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,用微孔滤膜(0.45 μ m)滤过,滤液作为供试品溶液。同时取缺三七药材制成的阴性样品同法制成阴性对照溶液。另取人参皂苷 Rg1 对照品适量,加甲醇制成每 1 mL 含 0.3 mg 的对照品溶液。分别精密吸取对照品溶液、供试品溶液及阴性对照溶液各 10 μ L,注入液相色谱仪,结果表明:该色谱条件能使人参皂苷 Rg1 得到完全分离,阴性对照无干扰。

3.4 精密度试验 精密吸取人参皂苷 Rg1 对照品溶液,重复进样 6 次,结果 RSD 为 1.33%。

3.5 重复性试验 取同一批号的产品 6 份,分别按供试品溶液的制备方法制备成供试品溶液,依法操作,按上述色谱条件进行测定, RSD 为 0.76%。

3.6 回收率试验 精密称取已知含量的跌打红药片,精密加入适量人参皂苷 Rg1 对照品,按供试品溶液的方法制备成供试品溶液,共 6 份,依法测定,计算平均回收率为 99.33%, RSD 为 2.82%。

3.7 样品含量测定 取本品 10 批,分别依法测定含量,结果每片含三七以人参皂苷 Rg1 计均不少于 1.5 mg。

(收稿日期:2005-12-31)