

高效液相色谱法测定三七血伤宁分散片中重楼皂苷 I 的含量

吴莉¹ 江伟¹ 刘永忠²

(1 江西省上高县人民医院 上高 336400; 2 江西中医药大学 南昌 330006)

摘要：目的：建立高效液相色谱法测定三七血伤宁分散片中主要成分重楼皂苷 I 的含量。方法：Waters Symmetry ShieldTMRP18 柱(150× 4.6 mm, 5 μm); 以乙腈-水(40:60)为流动相; 检测波长 203nm; 流速: 1 ml/min; 柱温: 40℃。结果: 重楼皂苷 I 在具有良好的线性关系($r=0.9986, n=6$); 平均加样回收率为 99.68%($n=6$), 说明回收率良好。结论: 用高效液相色谱法测定三七血伤宁分散片中重楼皂苷 I, 方法简便, 重现性好。

关键词：三七血伤宁分散片; 重楼皂苷 I; HPLC 法; 含量测定

中图分类号：R284.1

文献标识码：B

doi:10.13638/j.issn.1671-4040.2015.09.055

三七血伤宁分散片由三七血伤宁胶囊经改变剂型加工制成。分散片具有多种优良性能, 在水中可迅速崩解, 均匀分散, 相对于普通固体制剂, 具有服用方便、溶解吸收快速、生物利用度高、能降低药物的不良反应等特点^[1]。而且, 它制备简单, 工艺和普通片剂相同, 对生产设备无特殊要求。三七血伤宁胶囊临床上主要用于止血镇痛、祛瘀生新, 对瘀血阻滞、血不归经之各种血证及瘀血肿痛有良好疗效, 具有凉血、收涩止血之功效^[2]。

1 仪器与试剂 Waters 高效液相色谱仪(515 型双元泵, 996 光电二极管矩阵检测器, 7725 进样阀, Waters 色谱工作站); Waters Symmetry Shield™ RP₁₈ 柱 (150 mm× 4.6 mm, 5 μm); EJ-2000 电子分析天平(日本 AND)。乙腈(色谱纯), 甲醇(色谱纯), 水(重蒸馏水)。三七血伤宁分散片 (自制, 批号: 20140801、20140802、20140803、20140804); 重楼皂苷 I (上海一基生物试剂有限公司, 批号: 200802)。

2 实验方法 用高效液相色谱法测定自制三七血伤宁分散片中重楼皂苷 I 的含量^[3-5]。

2.1 色谱条件 Waters Symmetry Shield™ RP₁₈ 柱 (150 mm× 4.6 mm, 5 μm); 流动相: 乙腈-水 (40:60); 检测波长 203 nm; 流速: 1 ml/min; 柱温: 40℃。

2.2 对照品溶液的制备 精密称取对照品重楼皂苷 I 适量, 加甲醇适量使之完全溶解, 制成每 1 ml 含 0.5 mg 重楼皂苷 I 的溶液, 备用。

2.3 供试品液的制备 随机取三七血伤宁分散片 10 片, 称重, 研细, 精密称取适量(约相当于重楼皂苷 I 125 mg), 置 50 ml 具塞烧瓶中, 加 40 ml 甲醇, 超声处理 40 min (功率 250 W, 频率 25 kHz)。取出后放冷至室温, 加甲醇至刻度, 摇匀后过滤, 甲醇洗涤 3 次, 合并滤液, 以 0.45 μm 微孔滤膜滤过, 25 ml 甲醇定容, 即得。

2.4 回收率实验 取一定量供试品, 采用加样回收

法, 加入一定量对照品溶液, 按供试品溶液的制备进行实验, $n=6$, 本品所拟的含量测定方法测定均有良好的回收率。见表 1。

表 1 三七血伤宁分散片中重楼皂苷 I 回收率试验结果				
本底值(mg)	加入量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)	平均回收率(%)
5.006	4.06	9.11	100.5	99.55
5.015	4.00	9.20	102.1	
5.018	5.60	10.31	97.1	
5.214	5.14	10.32	99.7	
6.236	6.58	12.67	98.9	
6.577	6.33	12.78	99.0	

2.5 标准曲线的测定 精密称取对照品 5.08 mg 置 5 ml 定量瓶中, 加甲醇使之完全溶解, 并稀释至刻度, 摇匀。准确吸取 2 μl、5 μl、10 μl、15 μl、20 μl 注入高效液相色谱仪中, 测定, 以峰面积为纵坐标, 进样量为横坐标, 将进样量与峰面积进行回归处理, 回归方程为: $Y=2\ 130\ 407.3X+2\ 658.65, r=0.998\ 6$, 重楼皂苷 I 在 2.032~20.320 μg 范围内进样量与峰面积有较好的线性关系。

2.6 样品含量测定 精密吸取上述对照品溶液与供试品溶液各 10 μl, 按 2.1 项下条件, 分别注入高效液相色谱仪进行含量测定, 测定 4 批三七血伤宁分散片中重楼皂苷 I 含量。见表 2。

表 2 三七血伤宁分散片中重楼皂苷 I 含量测定结果				
样品批号	20140801	20140802	20140803	20140804
含量(mg/片)	489	487	472	482

3 讨论

三七血伤宁中的重楼为百合科重楼属植物华重楼 *Parispolyphylla*Smithvar.*chinenisi* (Franch) Hara、云南重楼 *Parispolyphylla*Smithvar.*yunnanensis* (Franch.) Hand.-Mazz. 或七叶一枝花 *Parispolyphylla*Smithvar.*chinensis* (Franch.) Hara 的干燥根茎。具有消肿止血、清热解毒、凉肝定惊的功效。是国家重点保护的野生植物药材品种, 是著名的中成药云南白药、季德胜蛇药的主要成(下转第 94 页)

《实用中西医结合临床》杂志 2015 年第 9 期

继续教育试题及答题卡

选择题：

- 1、长期饥饿时糖异生的生理意义之一是()
A.有利于必需氨基酸合成 B.有利于排钠保钾 C.有利于脂酸合成 D.有利于补充血糖
- 2、心理健康的标准不包括()
A.人际和谐 B.人格完美 C.智力正常 D.适应环境
- 3、奥美拉唑的临床应用适应证是()
A.消化性溃疡 B.胃肠平滑肌痉挛 C.慢性腹泻 D.消化道功能紊乱
- 4、与体内尿酸累积相关的酶是()
A.酰胺转移酶 B.四氢叶酸还原酶 C.转甲酰基酶 D.黄嘌呤氧化酶
- 5、谷类和豆类食物的营养互补氨基酸是()
A.赖氨酸和谷氨酸 B.赖氨酸和甘氨酸 C.赖氨酸和酪氨酸 D.赖氨酸和色氨酸
- 6、确立辨证论治理论的著作是()
A.《黄帝内经》B.《伤寒杂病论》C.《诸病源候论》D.《景岳全书》
- 7、伤寒表证病人常表现为()
A.恶寒重，发热轻 B.发热重，恶寒轻 C.发热轻而恶风 D.发热与恶寒并重
- 8、消渴患者口渴饮水的特点是()
A.口不渴饮 B.渴不多饮 C.大渴引饮 D.饮不欲咽
- 9、食少纳呆，兼消瘦，腹胀，便溏者，属()
A.脾胃气虚 B.湿邪困脾 C.肝胆湿热 D.食滞内停
- 10、患者前额部疼痛，属何经头痛()
A.太阳经 B.少阳经 C.阳明经 D.气血两虚

姓 名	试题 1	A ☐	B ☐	C ☐	D ☐
职 称	试题 2	A ☐	B ☐	C ☐	D ☐
工作单位	试题 3	A ☐	B ☐	C ☐	D ☐
通讯地址	试题 4	A ☐	B ☐	C ☐	D ☐
邮 编	试题 5	A ☐	B ☐	C ☐	D ☐
联系电话	试题 6	A ☐	B ☐	C ☐	D ☐
	试题 7	A ☐	B ☐	C ☐	D ☐
	试题 8	A ☐	B ☐	C ☐	D ☐
	试题 9	A ☐	B ☐	C ☐	D ☐
	试题 10	A ☐	B ☐	C ☐	D ☐

回函地址：江西省南昌市文教路 529 号《实用中西医结合临床》编辑部
邮编：330046 电话：0791-88252936 传真：0791-88528704

(上接第 90 页)分。现代药理研究表明重楼皂苷 I 具有抗炎、抗肿瘤、抗病毒、镇静、镇痛、降低胆固醇、降低血压、止血等作用^[6]，黄河以南大部分省区有产，但各地的药材中重楼皂苷 I 含量不同^[7]。

三七血伤宁为常用中成药，我们对其进行剂型改革，研制成分散片，分散片与原胶囊、散剂等剂型相比有许多优点，可以补充原产品的形式，满足患者的需要，本实验是为该品的质量控制建立方法。

由于重楼中的甾体皂苷易溶于水，易产生大量泡沫，给提取操作带来一定困难，而重楼皂苷 I（分子式：C₄₄H₇₀O₁₆，分子量 855.02）不溶于水、石油醚，可溶于甲醇，所以用甲醇提取简单易行。本实验建立了重楼皂苷 I 的 HPLC 含量测定方法，回收率

好，结果准确，证明该方法可控制本产品的质量。

参考文献

[1]催德福.药剂学[M].北京:人民卫生出版社,2011.276

[2]国家药典委员会.中华人民共和国药典一部[S].北京:化学工业出版社,2005.401

[3]龙国友,杨云,鲁静.HPLC 测定热毒清片中重楼皂苷 I 的含量[J].中成药,2005,27(10):1155-1157

[4]丘明明.高效液相色谱法测定三七血伤宁散中三七皂苷 R₁、人参皂苷 R_{g1} 和 R_{b1} 的含量[J].中南药学,2010,8(1):85-86

[5]黄芸,崔力剑,刘伟娜,等.HPLC-ELSD 法分析重楼商品药材中甾体皂苷的含量[J].中国中药杂志,2006,31(15):1230-1233

[6]李晞,王继红,亚雄.重楼提取液对结肠癌 SW480 细胞增殖的影响及其作用机制[J].中国生物制品学杂志,2010,23(6):619-622

[7]李峰,蒋桂华.中药商品学[M].北京:中国医药科技出版社,2014.173-174

(收稿日期：2015-06-03)