

# 参茸三肾酒质量标准的研究

北京市药品检验所(100035) 杨国红\*

**摘要** 介绍参茸三肾酒质量标准的研究,采用薄层层析法对其中枸杞子、补骨脂、川芎、木香等成分进行化学鉴别试验,高效液相色谱法测定淫羊藿甙的含量。加样回收率为99.87%,CV=0.04%。

**关键词** 参茸三肾酒 枸杞子 补骨脂 川芎 木香 淫羊藿甙 高效液相色谱法

参茸三肾酒系由人参、淫羊藿等29味中药制成的酒剂。具有补肾助阳,益生气精之功。为了控制本品内在质量,提高药疗,采用TLC法对枸杞子、补骨脂、川芎、木香等进行化学鉴别试验和用HPLC法测定该品中有效成分淫羊藿甙的含量,为该品建立一个较完善的控制药品质量标准。

## 1 鉴别试验

1.1 材料:硅胶G(薄层层析用),对照品:补骨脂素、枸杞子、川芎、木香均为中国药品生物制品检定所提供。

阴性对照液:各取单味药按处方配比,不加被测药材,制成阴性对照液。

参茸三肾酒:北京同仁堂药酒厂。

1.2 补骨脂的鉴别:取本品40ml,置水浴上蒸至无醇味。加水30ml稀释,置分液漏斗中,加醋酸乙酯30ml振摇提取,分取醋酸乙酯层,蒸干,残渣加醋酸乙酯1ml使溶解,作为供试品溶液。另取补骨脂素对照品,加醋酸乙酯制成每1ml中含1mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(中国药典1990年版一部附录57页)试验。吸取供试品溶液5~10 $\mu$ l,对照品溶液2 $\mu$ l,分别点于同一硅胶G薄层板上。以正己烷-醋酸乙酯(8:2)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以10%氢氧化钾的甲醇溶液,置紫外光灯(365nm)下检视,供试品色谱中在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

1.3 枸杞子的鉴别:取补骨脂鉴别项下的供试品溶液,作为供试品溶液。另取枸杞子对照药材2g,加乙醇10ml,超声处理5min,滤过溶液蒸干,残渣加醋酸乙酯1ml溶解,作为对照药材溶液。照薄层色谱法(中国药典1990年版一部附录57页)试验,吸取上述2种溶液各2 $\mu$ l,分别点于同一硅胶G薄层板上,以环己烷-丙酮-醋酸乙酯(12:3:1)为展开剂,展开取出,晾干,置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

1.4 川芎的鉴别:取补骨脂鉴别项下的供试品溶液,作为供试品溶液。另取川芎对照药材0.5g加乙醇10ml超声处理5min,滤过,溶液蒸干,残渣加醋酸乙酯1ml溶解,作为对照药材溶液。照薄层色谱法(中国药典1990年版一部附录57页)试验,吸取供试品溶液5 $\mu$ l,对照药材溶液2 $\mu$ l,分别点于同一硅胶G薄层板上,以正己烷-醋酸乙酯(9:1)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365nm)下检视,供试品色谱中在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

1.5 木香的鉴别:取补骨脂鉴别项下的供试品溶液,作为供试品溶液。另取木香对照药材1g,加乙醇10ml,超声处理5min。滤过,溶液蒸干,残渣加醋酸乙酯1ml溶解,作为对照药

\*Address: Yang Guohong, Beijing Municipal Institute for the Drug Control, Beijing

材溶液。照薄层色谱法(中国药典1990年版一部附录57页)试验,吸取供试品溶液5~10 $\mu$ l,对照药材溶液2 $\mu$ l,分别点于同一硅胶G薄层板上,以环己烷-丙酮(10:3)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以5%香草醛硫酸溶液,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。结果见图1。

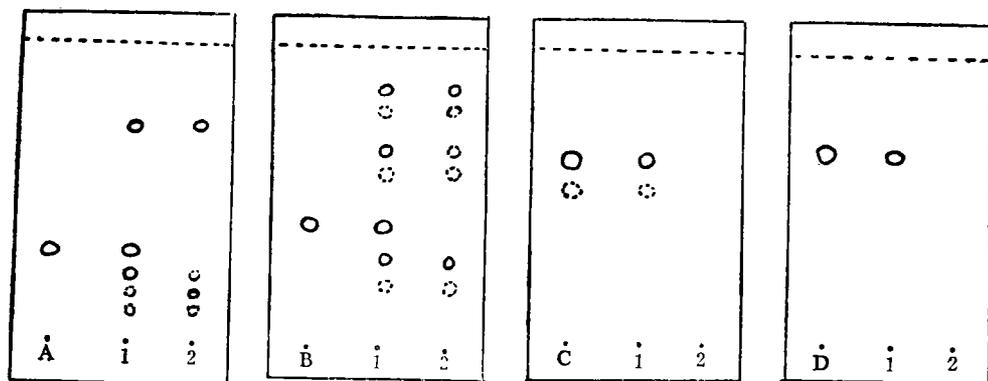


图1 样品薄层色谱图

A-补骨脂素对照品 B-枸杞子对照药材 C-川芎对照药材 D-木香对照药材 1-供试样品 2-空白样

## 2 含量测定

样品中淫羊藿甙的含量测定:对照品溶液的制备:精密称取淫羊藿甙对照品14.5mg,置100ml量瓶中,加甲醇适量溶解并稀释至刻度,摇匀。精密量取3ml置10ml量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,即得(每1ml中含淫羊藿甙为43.5 $\mu$ g)。

供试品溶液的制备:精密量取本品50ml,置水浴上蒸至10ml,移至分液漏斗中,用水40ml分次洗涤蒸发器,洗液合并置分液漏斗中,加醋酸乙酯提取4次,每次25ml。合并醋酸乙酯液,水浴蒸干,残渣加水10ml溶解,置于已处理好的聚酰胺柱内(内径约0.9cm,聚酰胺2g,湿法装柱),加20%乙醇50ml洗脱,弃去洗液,再用醋酸乙酯60ml分次洗脱。收集醋酸乙酯洗脱液于蒸发器中,置水浴上蒸干,残渣加甲醇适量使溶解,转移至5ml量瓶中,加甲醇至刻度、摇匀,即得。

分别精密吸取对照品与供试品溶液各10 $\mu$ l,注入SP-8800高效液相色谱仪中测定峰面积,按外标法计算含量。

色谱条件:4 $\times$ 250mm C<sub>18</sub>-ODS柱,数据处理机SP-4270;流速0.8ml/min,柱温:室温,检测波长270nm,流动相:甲醇-0.1mol/L磷酸二氢钠水溶液(6:5),进样量10 $\mu$ l,层析柱的塔板数按淫羊藿甙峰计算应大于2000。

线性范围考察:精密称取淫羊藿甙对照品14.6mg置100ml量瓶中,加甲醇适量溶解并稀释至刻度,摇匀,即得。精密量取淫羊藿甙对照品溶液1.0、2.0、3.0、4.0、5.0ml置10ml量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀。各进样10 $\mu$ l,数据处理机自动计算峰面积值,以标准品的浓度对峰面积值作图,得到一条直线,其回归方程为:Y=3.053 $\times$ 10<sup>6</sup>X-3.139 $\times$ 10<sup>4</sup>(r=0.9999),结果表明在0.146~0.73 $\mu$ g范围内呈线性关系。

精密度试验:对于同一样品连续测定6次,求得变异系数CV%=1.17(n=6)。

回收率试验:以加样回收法测定回收率为99.87%,CV%=0.04(n=5)。空白试验同法操作,在淫羊藿甙出峰位置上无干扰。

(下转第467页)

350.0nm范围内的吸收度, 绘制吸收曲线。红景天甙在223.8nm和278.4nm处有吸收, 以223.8nm处吸收最大, 因此选此为测定吸收波长。

2.1 红景天甙标准曲线绘制: 精密吸收红景天甙甲醇溶液(100μg/ml) 0.2, 0.4, 0.8, 1.2, 1.6, 2.0ml, 分别置10ml刻度试管中, 甲醇稀释至刻度, 摇匀。甲醇作空白, 置石英比色池中, 于223.8nm波长处分别测定吸收度。吸收度(A)与浓度(C)呈良好的线性关系, 经回归处理得回归方程为 $C = 210.6A + 6.2230$ , 相关系数为0.9953。

2.2 红景天甙薄层层析回收试验: 精密称取红景天甙2.0mg, 置2ml容量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀。用微量注射器吸取30μl此溶液, 点于硅胶GF<sub>254</sub>薄层板上, 上行展开18cm, 挥干溶剂, 置254nm紫外分析仪下, 刮下荧光熄灭斑点硅胶, 并在斑点下刮取相同面积的硅胶作空白, 分别装入10ml刻度试管中, 甲醇稀释至刻度, 振摇, 放置过夜。取上清液于比色池中, 在223.8nm处测定吸收度, 用标准曲线求出样品浓度, 其薄层回收率平均值为99.05% (n=8)。

2.3 样品中红景天甙含量测定: 取各样品粉末(80~100目) 1g, 精密称定, 置50ml沙氏提取器中, 加25ml甲醇, 置水浴中回流提取至完全(薄层检查阴性), 冷却, 过滤浓缩后移至10ml容量瓶中; 甲醇洗涤并稀释至刻度, 摇匀。微量注射器吸取各样品溶液100μl, 带状点样于硅胶GF<sub>254</sub>板上, 同板随行红景天甙对照品以示谱带位置。层析及测定同红景天甙薄层层析回收实验。结果见表。

### 3 讨论

明海泉等<sup>[4]</sup>用薄层层析扫描方法分别测定氯仿、乙酸乙酯、正丁醇3部分中的含量再总计含量。比较而言, 以薄层-紫外法简便易行, 数据可靠。红景天甙在甲醇中易溶, 稳定性好, 自硅胶板刮下一周后, 反复测定吸收度无变化。此法可供常规测定红景天甙含量使用。

### 参 考 文 献

- 1 陈新谦, 等. 新编药理学. 第12版. 北京: 人民卫生出版社, 1985. 671
- 2 甘孜州药品检验所. 甘孜州中草药名录. 第1册. 1984. 157
- 3 康胜利, 等. 中国中药杂志, 1992, 17(2): 100
- 4 明海泉, 等. 药学通报, 1987, 22(4): 229 (1993-03-10收稿)

(上接第458页)

样品分析测定结果见表、图2。

表 样品含量测定结果

样品批号	淫羊藿甙含量(mg/ml)			平均值
920801	0.00537	0.00536	0.00535	0.00536
920802	0.00518	0.00517	0.00513	0.00516
920803	0.00591	0.00593	0.00592	0.00592

### 3 讨论

3.1 本文采用HPLC法测定参茸三肾酒中主要成分淫羊藿甙的含量, 本法操作简便, 灵敏度高, 对控制本品的内在质量, 有实用价值。

3.2 除上述质量标准外, 本标准还制定了乙醇含量、总固体、装量、总氮量等标准。

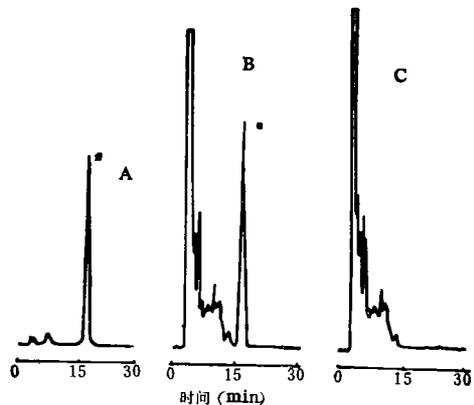


图2 色谱图

A-淫羊藿对照品 B-参茸三肾酒 C-空白  
\*淫羊藿甙峰

(1993-07-27收稿)

# ABSTRACTS OF ORIGINAL ARTICLES

## Studies on the Chemical Constituents of the Fresh Inflorescences of Desertliving Cistanche (*Cistanche deserticola*)

Tu Pengfei, He Yanping and Lou Zhicen

Four known compounds are isolated from the butanol fraction of the fresh inflorescences of *Cistanche deserticola* Ma (*Orobanchaceae*) for the first time. They are identified as 6-deoxycatalpol (I), liriiodendrin (II), 3-epiloganic acid (III) and galactitol (IV). These constituents are similar to the main constituents of the dried fleshy stem. It is suggested that the inflorescence may be exploited as a substitute for herb *C. deserticola* Ma.

(Original article on page 451)

## Studies on the Alkaloids of shezushishan (*Huperzia serrata*)

Yuan Shanqin, Feng Rui and Gu Guoming

Three alkaloids were isolated from *Huperzia serrata* (Thunb.) Trev. Their structure were identified as 8-deoxyserratinine (I), lycodine (II) and phlegmariurine B (III) by means of spectral analysis (UV, IR, NMR, MS). Compound II and III were isolated for the first time from this species.

(Original article on page 453)

## Studies on the Chemical Constituents of Common Leafy Flower (*Phyllanthus urinaria*)

Wan Zhenxian, Zhou Guoping and Yi Yanghua

Six compounds were isolated from the whole herb of *Phyllanthus urinaria* L. They were identified as ellagic acid (I), 3, 3', 4-tri-O-methylellagic acid (II), succinic acid (III), ferulic (IV),  $\beta$ -sitosterol-glucoside (V) and gallic acid (VI) by means of spectral analysis and chemical reaction. Compound II, III, IV, and V were isolated for the first time from this plant.

(Original article on page 455)

## Studies on the Quality Standard of Shenrongsanshen Medicinal Wine

Yang Guohong

Quality standard of Shenrongsanshen medicinal wine was discussed. A TLC method was used in the identification of the chemical constituents of some of the medicinal herbs used in the wine, such as, fruit of *Lycium chinense* Mill. fruit of *Psoralea corylifolia* L., rhizome of *Vladimiria souliei* (Franch.) Ling. A HPLC method was used in the determination of icariine. The average recovery was 99.87%, RSD=0.04% (n=5).

(Original article on page 457)

## High Performance Liquid Chromatographic Assay of Tetramethylpyrazine in "Fubidou Granule"

Jiang Zhirong