

# 玉仁丰乳丸质量标准研究

吉林省药品检验所(长春 130062)

申玉华\* 于文静 朱秀奎 沙英威

吉林油田江南医院

于 鸿

**摘 要** 采用薄层色谱法对制剂中的黄芪、王不留行、川芎进行了鉴别,采用双波长薄层扫描法以人参皂苷  $R_{g1}$  为指标进行了含量测定。方法回收率为 97.54%, $RSD=3.43\%$ ,玉仁丰乳丸中人参皂苷  $R_{g1}$  测定含量为 0.55%( $n=3$ )。方法准确,专属性强,可有效地控制该制剂的质量。

**关键词** 黄芪 王不留行 川芎 人参皂苷  $R_{g1}$  薄层扫描法

玉仁丰乳丸是由人参、王不留行等数味中药组成的复方制剂。具有滋肾养肝、调补冲任等功效。为有效控制其药品质量,制定了黄芪、王不留行、川芎的薄层鉴别;样品经大孔吸附树脂柱洗脱及水饱和正丁醇萃取,对样品进行了纯化,薄层分离效果好,定量方法准确,回收率为 97.54%, $RSD$  为 3.43%。

## 1 材料、仪器与试剂

CS-930 型双波长薄层扫描仪(日本岛津);超声振荡器(上海超声波仪器厂);定量毛细管;玉仁丰乳丸(吉林省通化白雪山制药厂),处方中的各味药材由吉林省通化白雪山制药厂提供,经本所中药室鉴定;人参皂苷  $R_{g1}$  对照品(中国药品生物制品检定所),硅胶 G(青岛海洋化工厂),大孔吸附树脂  $D_{101}$ (天津市制胶厂),实验中所用试剂、试药均为分析纯。

## 2 方法与结果

### 2.1 薄层鉴别

2.1.1 黄芪的薄层鉴别:取本品 5 g,研细,加乙醇 30 mL 超声处理 20 min,滤过,滤液蒸干,残渣加水 20 mL 溶解,用氯仿 30 mL 振摇提取,氯仿液挥干,加氯仿 1 mL 溶解,作为供试品溶液。另取黄芪对照药材 1 g,同法制成对照药材溶液。吸取上述两种溶液各 5  $\mu$ L 分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以环己烷-醋酸乙酯-甲醇(5:1.5:0.5)为展开剂,展开,取出晾干,喷以 0.5% 香草醛 80% 硫酸乙醇液,供试品色谱中,与对照药材色谱相

应的位置上,显相同颜色的斑点,见图 1-A。

2.1.2 王不留行的薄层鉴别:取本品粉末 7 g,加水 50 mL 浸泡 1 h 后,超声处理 30 min,离心(3 000 r/min)15 min,上清液移至已处理好的  $D_{101}$  大孔吸附树脂柱(内径 2 cm,柱长 15 cm,湿法装柱),水洗至溶液无色,再用 20% 乙醇洗脱,收集 150 mL,将洗脱液蒸干,残渣加水饱和正丁醇 30 mL 溶解,加氨试液摇洗,放置分层,取上层液蒸干,加甲醇 1 mL 使溶解,作为供试品溶液;另取王不留行对照药材 1.5 g,粉碎,加 20% 乙醇 30 mL,超声处理 30 min,滤过,滤液蒸干,加甲醇 1 mL 使溶解,作为对照药材溶液。吸取上述两种溶液各 5  $\mu$ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以正丁醇-醋酸-水(4:1:5)上层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 30% 硫酸乙醇液,105  $^{\circ}$ C 烘数分钟,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,见图 1-B。

2.1.3 取本品 14 g,研细,加甲醇 60 mL,超声处理 25 min,滤过,滤液蒸干,加水 20 mL 溶解,加盐酸 1 mL,置沸水浴加热 1 h,放冷,用醋酸乙酯振摇提取 2 次,每次 25 mL,合并醋酸乙酯液,用少量水洗后,浓缩至干,残渣加甲醇 1 mL 使溶解,作为供试品溶液;另取川芎对照药材 2 g,同法制成对照药材溶液。吸取上述两种溶液各 20  $\mu$ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,使成条状,以正己烷-醋酸乙酯(5:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以稀碘化铋钾试

\* Address: Shen Yuhua, Jilin Provincial Institute for Drug Control, Changchun

液。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位

置上,显相同颜色的条斑点,见图 1-C。

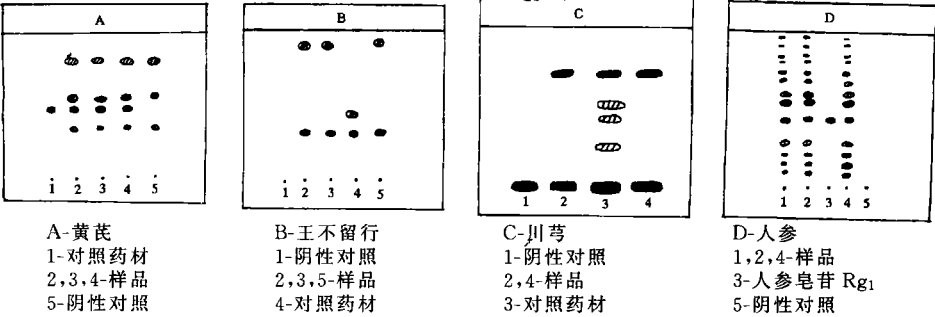


图 1 样品薄层图

2.2 含量测定

2.2.1 薄层条件:硅胶 G 薄层板(10 cm×10 cm),以氯仿-醋酸乙酯-甲醇-水(16:40:22:10,10℃以下放置 12 h)的下层溶液为展开剂,上行展开 8 cm,取出,晾干,喷以 10%硫酸乙醇溶液,105℃烘 5 min~7 min,至斑点呈色清晰,覆盖玻璃板,周围用胶布固定。

2.2.2 测定波长的选择:分别吸取供试品及对照品,点于同一硅胶 G 薄层板上,以上述条件展开后,用钨灯在 370 nm~700 nm 波长范围内,对各相应的斑点进行光谱扫描,结果均在 530 nm 波长处有最大吸收,与文献报道相符,故选择  $\lambda_s=530\text{ nm}$ ,  $\lambda_R=700\text{ nm}$ 。

2.2.3 标准曲线:精密称定人参皂苷  $R_{g1}$  对照品,加甲醇制成 1.6 mg/mL 的溶液,分别吸取 0.5、1.0、1.5、2.0 及 2.5  $\mu\text{L}$ ,点于同一薄层板上,按上述实验方法展开,扫描,线性回归得标准曲线。回归方程:  $Y=134.918+1164.34X$ ,  $r=0.9985$ ,线性范围:0.8  $\mu\text{g}\sim 4.0\text{ }\mu\text{g}$ 。

2.2.4 样品测定:取本品细粉约 2 g,精密称定,加甲醇连续回流约 5 h,至提取液无色,回收甲醇并浓缩至干,残渣加水 20 mL 溶解,通过已处理好的  $D_{101}$  型大孔吸附树脂柱(内径 1.5 cm,长 15 cm),以水及 20%乙醇洗脱,继用 70%乙醇进行洗脱(流速 2 mL/min),收集此洗脱液 100 mL,蒸干,残渣加正丁醇饱和的水溶解,用水饱和正丁醇提取 3 次,合并正丁醇液,用氨试液洗 2 次,弃去

氨试液,再以水轻轻摇洗 1 次,放置分层,将上层液蒸干,残渣加甲醇溶解并定容至 1 mL,作为供试品溶液。另取人参皂苷  $R_{g1}$  对照品,加甲醇制成 1 mg/mL 的溶液,作为对照品溶液,分别吸取供试液 1  $\mu\text{L}$ 、对照品溶液 1  $\mu\text{L}$  及 2  $\mu\text{L}$  分别交叉点于同一硅胶 G 薄层板上,按上述实验方法展开(图 1-D),扫描,采用外标二点法计算含量。测定了 3 批玉仁丰乳丸人参皂苷  $R_{g1}$  的含量,结果见表 1。

表 1 3 批样品测定结果

| 批 号    | 人参皂苷 $R_{g1}$ 含量(mg/g) |
|--------|------------------------|
| 961019 | 0.528                  |
| 961028 | 0.558                  |
| 961029 | 0.556                  |

2.2.5 加样回收率试验:取已测知含量的样品 5 份,加入一定量的人参皂苷  $R_{g1}$  对照品,按样品含量测定项下方法操作,测定,结果回收率为 97.5%, $RSD=3.43\%$ ( $n=5$ )。

2.2.6 稳定性试验,取供试品溶液点于硅胶 G 薄层板上,展开、取出、晾干、显色、扫描,每隔一定时间扫描一次,结果表明,斑点面积积分值在 30 min 内基本稳定。

2.2.7 同板精密度试验:取同一供试液在同一薄层板上点相同量的 6 个点,依法测定, $RSD$  为 2.27%。

2.2.8 重现性试验:按样品测定方法对同一批样品进行 5 次独立测定,结果样品含量平均值为 0.548 mg/g, $RSD$  为 4.61%,说明重现性良好。

3 讨论

3.1 黄芪主要活性成分之一为黄芪甲苷,曾

拟对其进行鉴别,但由于黄芪甲苷在黄芪中含量普遍偏低,且有人参皂苷等对其严重干扰,经实验确立上述黄芪薄层鉴别方法,专属性强,为制剂中存在皂苷类成分干扰的黄芪鉴别提供了一个可行的实验方法。

3.2 川芎的薄层鉴别,方中同时含有当归和川芎二种药材,当以乙醚回流提取制备供试品溶液作薄层鉴别时,出现了当归和川芎共有的特征斑点。为了单独鉴别川芎,将样品经盐酸处理,再以醋酸乙酯将弱碱性的川芎生物碱提出作为供试品溶液,可有效地鉴别该制剂中的川芎。

3.3 提取人参皂苷时,曾将甲醇提取液蒸干

后,直接以水饱和和正丁醇萃取,乳化严重,不易分层,改用先经  $D_{101}$  型大孔吸附树脂柱、水及 20% 乙醇洗脱,可除去部分水溶性、极性大的杂质,再用水饱和的正丁醇萃取,纯化效果更好,且不易乳化,样品色谱斑点无背景吸收。

#### 参考文献

- 1 郭文菊. 药物分析杂志, 1995; 15(4): 54
- 2 杨美林. 药物分析杂志, 1995; 15(3): 53
- 3 金向群. 药物分析杂志, 1996; 16(2): 112
- 4 沙世炎. 中草药有效成分分析法(上册). 北京: 人民卫生出版社, 1985; 33
- 5 中华人民共和国药典(1990 年版一部). 注释选编. 广州: 广东科技出版社, 1993; 178

(1998-03-16 收稿)

### Quality Standard of Yuren Fengru Wan

Shen Yuhua, Yu Wenjing and Zhu Xiukui (Jilin Provincial Institute for Drug Control, Changchun 130062)

**Abstract** Yuren Fengru Wan (YFW), is a compound pill prepared from *Panax ginseng* C. A. Mey, *Astragalus membranaceus* (Fisch.) Bunge, *Vaccaria segetalis* (Neck.) Garcke and *Ligusticum chuanxiong* Hort, which nourish the kidney and liver, while regulate the "Chong" and "Ren" channels, primarily for the control of gynecological functions. The presence of *A. membranaceus*, *V. segetalis* and *L. chuanxiong* were identified by TLC and the amount of ginsenoside  $R_{g1}$  was assayed by TLCS to contain 0.55%. The recovery was 97.54%, ( $RSD=3.43\%$ ). The methods were simple, reliable and reproducible.

**Key words** *Astragalus membranaceus* (Fisch.) Bunge *Vaccaria segetalis* (Neck.) Garcke *Ligusticum chuanxiong* Hert. ginsenoside  $R_{g1}$  TLC scanning

(上接第 733 页)

7.22(1 H, s), 7.55(1 H, dd,  $J=8$ ), 7.63(1 H, d,  $J=8$ ); MS  $m/z$  (%): 294 ( $M^+$ , 100), 279 (42.5), 261 (76.9), 251 (57.2)。以上数据与丹参酮-Ⅱ $A^{(1,2)}$ 一致。

隐丹参酮Ⅱ: mp 183.5 °C ~ 185 °C,  $UV_{\lambda_{max}}^{EtOH}$  ( $\log \epsilon$ ): 217 (4.28), 262 (4.46), 355 (3.42), 445 (3.44); IR (KBr)  $cm^{-1}$ : 2 900, 2 850, 1 660, 1 646, 1 618, 1 572, 1 550, 1 455, 1 445, 1 395, 1 330, 1 288, 1 195, 1 169, 1 020, 942, 850, 728, 690;  $^1H$ -NMR ( $CDCl_3$ , TMS): 1.31(6 H, s), 1.35(3 H, d,  $J=7$ ), 1.65(2 H, m), 1.78(2 H, m), 3.22(2 H, t,  $J=6$ ), 3.60(1 H, m), 4.36(1 H, dd,  $J=7$ ), 4.90(1 H, t,  $J=12$ ), 7.50(1 H, d,  $J=8$ ), 7.63(1 H, d,  $J=8$ );

MS  $m/z$  (%): 290 ( $M^+$ , 100), 268 (29.1), 281 (8.6), 263 (4.5)。以上数据与隐丹参酮一致 $^{(1,2)}$ 。

$\beta$ -谷甾醇(Ⅲ), mp 139 °C ~ 140 °C; 薄层层析 Rf 值,  $^1H$ NMR、MS 值均与  $\beta$ -谷甾醇一致, 且混合熔点不下降。

致谢: 原植物由麻城市中医院江熟平、湖北省药检所康四和、解放军总后药检所刘文尧协助采集, 湖北中医学院鉴定教研室陈科力副教授鉴定。紫外光谱和红外光谱由湖北省医药工业研究所惠清印、周萍测定, 质谱和质谱由英国 Portsmouth 大学测定。

#### 参考文献

- 1 徐学民, 等. 中草药, 1982; 13(11): 5
- 2 罗厚蔚, 等. 药学报, 1989; 24(5): 341

(1997-12-17 收稿)