

冠心丹参滴丸中人参皂甙 Rg₁ 的含量测定

弥 宏, 谷伟玲, 陈 颖, 董方言(吉林省中医中药研究院, 长春 130021)

摘要: 采用双波长扫描法测定了冠心丹参滴丸中及三七药材中人参皂甙 Rg₁ 的含量。并用水溶解正丁醇萃取并离心破乳方式处理供试品, 操作简便、快速, 结果准确, 可作为本品的质量控制标准。

关键词: 冠心丹参滴丸; 人参皂甙 Rg₁; 薄层扫描法

中图分类号: 284.1 **文献标识码:** B **文章编号:** 1005-9903(2000)02-0014-02

Determination of Ginsenoside Rg₁ in Guanxindanshen Dropping Pill

MI Hong, GU WEI-ling, CHEN Ying, DONG Fang-yan

(Academy of TCM and Materia Medica of Jilin Province, Changchun 130021)

Abstract: The contents of ginsenoside Rg₁ in *guanxindanshen* pill and radix notoginseng were quantitatively determined by double-wavelength TLC scanning. By dissolve in water, extracted with n-BuOH, and then centrifuged the sample, the operation is simple and rapid with an accurate results.

Key words: Guanxindanshen dropping pill, Ginsenoside Rg₁, TLC scanning

冠心丹参滴丸系药典方《冠心丹参片》改剂型而制成的新型中药速效制剂。由丹参、三七、降香油 3 味中药与适量的赋形剂组成。在原方具有的活血化瘀、理气止痛的功能之上, 还可迅速缓解冠心病, 心绞痛症状, 为中医急症治疗用药。原方在药典中只对其中 2 味的鉴别进行了规定。为此我们测定了制剂中人参皂甙 Rg₁ 的含量, 同时对三七药材中人参皂甙 Rg₁ 的含量也进行了测定, 从而更有效地控制了产品的质量。

1 仪器与试剂

CS-930 型薄层扫描仪(日本岛津); 定量毛细管 1, 2, 5 μ l; 硅胶 G(青岛海洋化工厂), 冠心丹参滴丸(由制剂室提供); 人参皂甙 Rg₁ 对照品(中国药品生物制品检定所)。试剂均为分析纯。

2 条件

2.1 薄层色谱条件 0.3% CMC-Na 硅胶 G 板(10cm \times 10cm); 展开剂: 氯仿-正丁醇-甲醇-水(20:40:10:20) 振摇后放置过夜的下层液; 显色剂为 10% 硫酸乙醇溶液,

105 $^{\circ}$ C 烘至显紫色斑点。

2.2 薄层扫描条件 人参皂甙 Rg₁ 薄层色谱斑点经薄层光谱扫描, 在 525nm 处有最大吸收峰, 故设定 $\lambda_s = 525\text{nm}$, $\lambda_R = 700\text{nm}$, 双波长反射法锯齿扫描, $S_X = 3$, 狭缝 2.0mm \times 2.0mm, $\Delta Y = 0.1\text{mm}$ 。

3 方法与结果

3.1 供试品处理方式选择 取本品适量, 分别选用以下 2 种方法处理样品: a 乙醇微热使溶解, 滤过, 用少量乙醇洗涤残渣, 并入乙醇液中, 蒸干溶剂, 甲醇溶解残渣并定容。b 加温水溶解后, 水饱和正丁醇萃取 3 次, 蒸干并甲醇定容。结果表明, 方法 a 操作简单易行, 但由于制剂中含有大量聚乙二醇以及少量残留的冷却剂等油状物质, 使得溶液点样困难。且展开后斑点呈尖峰形, 拖尾较重。而由于滴丸为水溶性, 经正丁醇萃取后即可除去大量的色素及杂质, 经薄层色谱检识, 斑点清晰, 重现性好, 故选择此方法处理供试品。

3.2 三七药材提取条件的选择 取三七药材细粉适量, 分别以 70% 乙醇、乙醇、甲醇为

溶剂, 超声提取及回流提取 30, 45, 60min, 薄层扫描法测定含量, 结果表明, 以甲醇为溶剂, 超声提取 30min 为宜^[1]。

3.3 标准曲线及线性关系 精密吸取对照品溶液(1.35mg/ml) 1, 2, 3, 4, 5 μ l 点于同一硅胶 G 板上, 依法测定, 以对照品量为横坐标, 峰面积积分值为纵坐标作图, 得回归方程 $Y = 6845.07x + 4249.93$, ($r = 0.9992$)。在 2 ~ 6 μ g 内呈良好线性关系。

3.4 稳定性试验 测定层析后的供试品溶液斑点的峰面积, 每隔 20min 测定 1 次, 连续 5h, 结果斑点在 90min 内稳定性良好, 斑点峰面积积分值基本不变。

3.5 精密度试验 对同一供试品溶液在同一薄层板上点 7 个相同量斑点, 依法测定, 结果 RSD 为 2.15% ($n = 7$)。

3.6 样品测定及结果 分别精密吸取供试品溶液, 三七药材溶液各 1 μ l, 对照品溶液 1, 3 μ l, 交叉点于同一薄层板上, 依法测定, 计算样品及药材中人参皂甙 Rg₁ 的含量, 结果见下表。

表 1 人参皂甙 Rg₁ 的含量(mg/g)

批号	含量		\bar{x}
970412	17.74	17.50	17.62
970418	23.10	19.06	21.08
970604	19.32	20.04	19.68
三七药材	2.55%	3.22%	2.89%

3.7 回收率试验 准确称取已知含量的样品 0.25g 共计 5 份, 分别加入人参皂甙 Rg₁ 对照品 4.5mg, 依法进行实验, 测定并计算回收率, 结果见表 2。

表 2 回收率测定结果

	已知样品 含量(mg)	加入对照 品量(mg)	测得 量(mg)	回收率 (%)
1	4.42	4.70	8.87	94.68
2	5.13	4.30	9.36	98.37
3	4.83	4.50	9.03	93.33
4	4.38	4.40	8.52	94.09
5	4.51	4.20	8.41	92.86

平均回收率 $\bar{x} = 94.67$

RSD = 2.31%

4 讨论

供试品的制备过程用水饱和正丁醇萃取时, 由于样品溶液中含有大量的皂甙类化合物, 振摇后出现乳化现象, 实验中可以采取离心方式破乳, 否则提取不完全会直接影响含量结果。

展开系统的选择^[2], 曾比较了 3 种展开系统(1) 正丁醇-醋酸乙酯-水(4: 1: 5) 上层溶液; (2) 氯仿-甲醇-水(65: 35: 10) 下层; (3) 文中所列系统, 结果表明, 以本文所用展开剂分离效果最好。

参考文献:

- [1] 倪坤仪, 张国清, 吕凌, 等. 复方丹参片中丹参和三七有效成份的薄层扫描定量, 药物分析杂志, 1989, 9(2): 75~ 77
- [2] 张小茜, 周富荣. 双波长扫描法测定乳癖消胶囊中人参皂甙 Rg₁ 的含量, 中国中药杂志, 1999, 24(5): 282~ 283

(收稿日期: 1999-04-10)