

不同产地丹参中丹酚酸 B 的含量测定

徐 山

(天津红日药业股份有限公司,天津 301700)

[摘要] 目的:测定不同产地丹参中丹酚酸 B 的含量。方法:色谱柱:Agela C₁₈(4.6 mm× 250 mm, 5 μm);柱温:25 ℃;流动相:甲醇-乙腈-甲酸-水(30:10:1:59);检测波长:286 nm;流速:1 ml/min。结果:五个产地丹参中丹酚酸 B 含量不同,四川中江(丹酚酸 B, 7.8%)> 山东日照(丹酚酸 B, 6.8%)> 陕西商洛(丹酚酸 B, 5.4%)> 河北行唐(丹酚酸 B, 4.8%)> 浙江(丹酚酸 B, 4.0%)。结论:各产地丹参药材中丹酚酸 B 含量有较大差异,以四川中江丹参的丹酚酸 B 含量最高,山东日照丹参次之。

[关键词] 丹参;产地;丹酚酸 B;高效液相色谱法;含量测定

[中图分类号] R284.2

[文献标识码] A

[文章编号] 1007-659X(2011)02-0178-02

2005年版药典^[1]收载的丹参 *Salvia miltiorrhiza* Bge.为唇形科植物的干燥根及根茎,主要含脂溶性成分及水溶性成分。其中水溶性成分主要为丹酚酸类化合物如丹参素、丹酚酸 A、丹酚酸 B、丹酚酸 C、迷迭香酸等,具有改善微循环、抗血栓、促进组织恢复等作用^[2]。其中丹酚酸 B 分子式为 C₃₆H₃₀O₁₆,分子量为 718,具有抗肝损伤、肝纤维化作用;能防治动脉粥样硬化;对心脏、脑有保护作用;还具有抗肿瘤作用^[3]。历代本草载其炮制方法为“去芦头”、“去苗,去土”、“除去杂质及残茎”。笔者对河北行唐、陕西商洛、四川中江、山东日照、浙江所产的丹参中丹酚酸 B 进行含量测定,报道如下。

1 材料

1.1 仪器 Agilent1200 高效液相色谱仪;四元泵;二维液相色谱工作站;柱温箱;可见紫外检测器;电子天平(METTLER XS205);电子天平(METTLER AE240)。

1.2 试剂 丹酚酸 B:中国生物制品检定所,批号 111562-200908。所用试剂均为分析纯。

1.3 样品 实验用丹参药材皆是笔者采于丹参五个产地,经鉴定均为丹参 *Salvia miltiorrhiza* Bge.的根及根茎。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱:Agela C₁₈(4.6 mm× 250 mm, 5 μm);柱温:25 ℃;流动相:甲醇-乙腈-甲酸-水(30:10:1:59);检测波长:286 nm;流速:1 ml/min,理论塔板数以丹酚酸 B 峰计算不低于 2 000。

2.2 对照品和供试品溶液的制备

2.2.1 对照品溶液的制备:精密称取丹酚酸 B 对照品 35.30 mg,置 25 ml 容量瓶中,加 75%甲醇至刻度摇匀(浓度为 1.412 mg/ml),精密吸取 1 ml,置 10 ml 容量瓶中,加 75%甲醇至刻度摇匀,即得 0.1412 mg/

ml 丹酚酸 B 对照品溶液。

2.2.2 供试品溶液的制备 取丹参样品(粉碎过三号筛)约 0.2 g,精密称取,置具塞锥形瓶中,精密加入 75%甲醇 50 ml,称定质量,加热回流 1 h,取出,放冷,再称定质量,用 75%甲醇补足减失的质量,摇匀,滤过,即得。

2.3 标准曲线的制备 精密吸取丹酚酸 B 对照品(1.412 mg/ml),分别将其稀释 50 倍、25 倍、10 倍、4 倍、2 倍、原液,配制成为 0.02824 mg/ml、0.05648 mg/ml、0.1412 mg/ml、0.353 mg/ml、0.706 mg/ml、1.412 mg/ml 的丹酚酸 B 对照品,进样量为 10 μl,按上述色谱条件测定峰面积,以峰面积积分为纵坐标,以丹酚酸 B 浓度为横坐标,计算得回归方程为 $Y=9446.9X-60.109$, $r=0.9998$,说明丹酚酸 B 在进样量为 0.2824~14.12 μg 范围内呈良好的线性关系。

2.4 精密度试验 吸取同一浓度(浓度 0.1495 mg/ml)的丹酚酸 B 对照品溶液 10 μl,连续进样 6 次,测定丹酚酸 B 的峰面积, $RSD=1.12\%$ ($n=6$),表明仪器精密度良好。

2.5 稳定性试验 按供试品溶液的制备方法操作,将丹参样品(样品 4)分别在 0 h、2 h、4 h、8 h、24 h 进行测定峰面积,计算丹酚酸 B 的含量, $RSD=1.86\%$ ($n=5$),表明供试品溶液在 24 h 内稳定。

2.6 重复性试验 将同一丹参样品(样品 4)取 6 份,按供试品制备方法同法操作,计算丹酚酸 B 的含量, $RSD=1.69\%$ ($n=6$),表明样品测定具有良好重复性。

2.7 加样回收率试验 采用回收率测定的方法,称取丹参药材(样品 5)粉末 0.10 g(丹酚酸 B 含量为 4.0%),分别加入丹酚酸 B(浓度为 1.412 mg/ml)3 ml,即丹酚酸 B 量为 4.236 mg 按供试品溶液制备项下方法进行操作,并依法测定。平均回收率为 100.4%, $RSD=1.31\%$ ($n=6$),表明回收率良好。结果见表 1。

2.8 样品含量测定 分别精密吸取对照品溶液

[收稿日期] 2010-07-01

表1 丹参中丹酚酸B加样回收率试验结果

序号	称样量 (m/g)	丹酚酸B含量 (m/mg)	丹酚酸B加入量 (m/mg)	实测含量 (m/mg)	回收率 (%)	平均值 (%)	RSD (%)
1	0.1012	4.048	4.236	8.365	101.9	100.4	1.31
2	0.1023	4.092	4.236	8.340	100.3		
3	0.1011	4.044	4.236	8.270	99.8		
4	0.1017	4.068	4.236	8.257	98.9		
5	0.1032	4.128	4.236	8.452	102.1		
6	0.1026	4.104	4.236	8.315	99.4		

10 μ l, 与供试品溶液 10 μ l, 按上述色谱条件测定, 对照品色谱图及样品色谱图见图 1, 含量测定结果

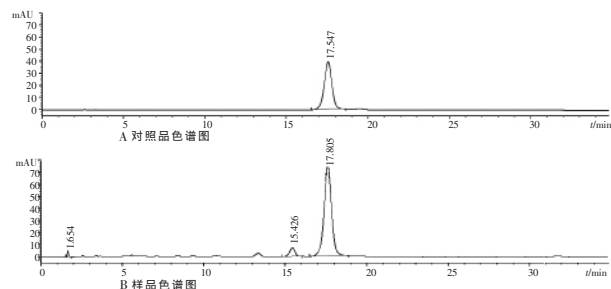


图1 对照品色谱图及样品色谱图

3 讨论

五个产地丹参中丹酚酸B含量都符合药典标准, 但各产地丹参药材中丹酚酸B含量有较大差异, 以四川中江丹参的丹酚酸B含量最高, 山东日照丹参次之。为了保证药品质量, 使制剂能够保持质量稳定, 应对丹参产地加以重视。

见表 2。

表2 丹酚酸B的含量测定

样品序号	产地	丹酚酸B(%)		平均值 (%)
		1	2	
1	河北行唐	4.9	4.8	4.8
2	陕西商洛	5.4	5.3	5.4
3	四川中江	7.7	7.8	7.8
4	山东日照	6.7	6.8	6.8
5	浙江	4.0	4.1	4.0

[参考文献]

- [1] 中华人民共和国药典委员会. 中华人民共和国药典[M]. 北京: 化学工业出版社, 2005: 52-53.
- [2] 王杰, 吴俊芳, 张均田. 总酚酸的抗脑缺血研究[J]. 中国药理学通报, 1999, 15(2): 164-166.
- [3] 贾娜, 项海芝, 杨松松. 丹参水溶性部分丹酚酸的进展述评[J]. 辽宁中医学院学报, 2006, 8(3): 41-42.

信息之窗

中医治疗抑郁症有据可依

北京中医药大学第三附属医院唐启盛教授牵头的课题“抑郁症中医证候学规律的研究”, 经过7年研究, 提出抑郁症的中医诊断标准和临床治疗方案, 经过验证, 使用中药比起使用西药的有效率平均提高了5%~8%。

唐启盛的研究团队以世界卫生组织西太区《卫生研究方法学》为依据, 并将临床采集的证候学数据进行分析, 结合聚类分析、中医理论及专家论证等, 进行中医证候规律研究, 经先进数据挖掘技术和传统中医理论紧密结合, 将抑郁症分为肾虚肝郁证、肝郁脾虚证、肝胆湿热证、心肾不交证、心脾两虚证及心胆气虚证6种证型, 制定了《抑郁症中医诊断标准和治疗方案》。

唐启盛说, 为验证此标准的科学、有效性, 研究小组引入方证对应研究思路。根据中医诊疗标准和治疗方案, 以首发、原发的抑郁症患者为研究对象, 在全国范围内进行了1800例抑郁症患者的临床治疗研究。通过在同一证型内进行中西药随机、对照、盲法的纵向观察, 采用HAMD

抑郁量表和证型标准进行疗效评定, 并将证候量表、证候因子及证候类型与HAMD各项因子进行同步比较, 发现具有高度的相关性, 证明了该标准与国际权威量表的一致性。从而验证了该病的中医证型标准的准确性和辨证治疗的疗效。另外, 诊疗方案还体现了中医“治未病”思想, 对抑郁症前期, 具有治疗和阻断其向抑郁症发展的特点, 基本做到了从源头抑制疾病。

据了解, 该研究制定的中医诊断标准和临床治疗方案, 通过了中华中医药学会内科委员会、脑病专业委员会等学会论证, 并被中华中医药学会作为抑郁症中医诊断和治疗的学会级标准, 发布于《中医内科常见病诊疗指南》中。在国家中医药管理局脑病重点专科抑郁症协作组和国家食品药品监督管理局中药新药评审工作中, 作为标准方案使用, 并被编写入专业教材和学术著作。

(摘自《中国中医药报》2011年1月27日第1版)