

## ·药物分析·

## 丹参及其制剂的含量测定方法研究进展

冯国旗

(郑州市铁路中心医院药剂科 郑州 450052)

丹参 (*Salvia miltiorrhiza* Bge.) 为唇形科鼠尾草属植物的干燥根部。为我国一味经典呀经, 具有活血化淤、清心除烦的功效, 能显著改善心血管功能, 其中水溶性的酚性芳香酸类(原儿茶醛及丹参素等)对于血小板具有明显的抗凝集作用, 并有广泛的抗菌活性, 脂溶性的丹参酮型二萜醌类化合物(丹参酮 I、II<sub>A</sub>、III<sub>B</sub>、隐丹参酮、异隐丹参酮、丹参新酮等)具有显著的抗菌活性, 临床上大量应用于高血脂病人及心血管疾病病人<sup>[1]</sup>。

由于丹参酮 II<sub>A</sub>、丹参素以及原儿茶醛在丹参药材及制剂中均含量较高, 所以现有的提取方法及含量测定方法均以以上三种成分作为指标。

## 一、丹参药材的提取

丹参药材中主要成分为脂溶性及水溶性两大部分, 故提取时对于溶媒的选择也相应的分为两大类, 分别侧重于脂溶性成分及水溶性成分。

丹参药材中水溶性部分用热水提取 2h, 过滤后将滤液酸化至 pH=2, 乙酸乙酯萃取, 浓缩萃取液即得<sup>[2]</sup>; 脂溶性部分经乙醇提, 挥干乙醇, 加入乙醚萃取, 取萃取液挥干乙醚, 残渣以乙酸乙酯溶解定容即得<sup>[3]</sup>。

丹参制剂中水溶性部分经 50% 乙醇回流, 浓缩滤液即得<sup>[2]</sup>; 脂溶性部分用 95% 乙醇回流, 浓缩滤液即得<sup>[3]</sup>。

以上提取方法经薄层扫描获得较好结果。

## 二、丹参药材含量测定

1. 紫外分光光度法此法在  $\lambda = 268\text{nm}$  处测定总丹参酮含量, 由于丹参中丹参酮 II<sub>A</sub>

一般含量较高, 所以以丹参酮 II<sub>A</sub> 为基准物作标准曲线, 以此计算总丹参酮含量, 标准曲线回收方程为  $A = 0.0949C - 0.003$ ,  $r = 0.996$ , 回收率为 99.2%, 精密度为 0.97%<sup>[3]</sup>。

2. 比色法以原儿茶醛为基准物, 用铁氰化钾 - 三氯化铁溶液为显色剂, 于  $\lambda = 720\text{nm}$  处测定吸收度值, 显色溶液应于 30min 内完成测定, 标准液回归方程为  $A = 0.02202C + 0.02063$ ,  $r = 0.999$ , 加样回收率为 98.4%, 精密度为 1.62%。

利用丹参酮的非酯羰基与 2,4-二基苯肼试剂显橙色, 于  $\lambda = 420\text{nm}$  处测定最大吸收度, 以总丹参酮为标准品, 标准曲线回归方程为  $W_{(\mu\text{g})} = 216.54A - 4.426$ ,  $r = 0.999$ , 加样回收率 97.22%, 精密度为 2.50%<sup>[4]</sup>。

3. 薄层扫描法: 将供试液点于层析板上, 展开, 进行反射式双波长锯齿扫描, 丹参酮 II<sub>A</sub>  $\lambda = 450\text{nm}$ ,  $\lambda_R = 700\text{nm}$ , 原儿茶醛及丹参素(氨熏 5 分钟)  $\lambda_s = 400\text{nm}$ ,  $\lambda_R = 700\text{nm}$ , 回收方程丹参酮 II<sub>A</sub>  $Y = -584.18 + 723.81X$ ,  $r = 0.9993$ , 加样回收率为 99.53%, 精密度 0.77%; 原儿茶醛  $Y = 1637.46 + 2125.22X$ ,  $r = 0.9993$ , 丹参素  $Y = 906.69 + 936.30X$ ,  $r = 0.9976$ , 加样回收率为 95.10%, 精密度 0.77%; 原儿茶醛  $Y = 1637.46 + 2125.22X$ ,  $r = 0.9976$ , 加样回收率为 95.10%, 精密度为 1.60%<sup>[5]</sup>。

4. 高效液相色谱法(HPLC): 随着现代分析技术以及分析仪器的现代化, HPCL 越来越广泛的应用于中草药分析领域。此法采用 YWGC<sub>18</sub> H<sub>37</sub> 色谱柱, 原儿茶醛及丹参素于 UV280nm 处内标法检测, 内标化合物为对羟

基苯甲酸,流动相为甲醇-0.25%醋酸溶液为流动相,以梯度洗脱技术进行分离及含量测定,0~15min 甲醇浓度为18~63%,15~20min 保持甲醇63%。丹参酮Ⅱ<sub>A</sub>,以80%甲醇为流动相,于270nm处检测。两者均可得到良好的分离效果,并且结果容易处理,易实行自动化、微机化、程序可控化,加样回收率及精密度均较理想,可以作为丹参药材质量控制及含量测定方法<sup>[6-8]</sup>。

### 三、丹参制剂的含量测定及质量控制

现在丹参制剂的剂型有了很大发展,又出现了许多新剂型,除了片剂、针剂、口服液外,尚有滴丸剂、胶囊剂、冲剂及多相脂质相体等。含量测定均可应用上述几种方法,只是在提取有效成分时过程略有不同而已。目前以使用高效液相色谱法居多。

目前丹参制剂应用以片剂、针剂及口服液为主。片剂以丹参酮Ⅱ<sub>A</sub>为指标,测定方法很多,同时辅以重金属及农药限量检查。口服液主要以总丹参酮为指标,用UV法测定。针剂中以丹参素及原儿茶醛为指标,控制鞣质含量,检查澄明度,测定方法也很多,这里不再一一赘述。

### 四、结语

中草药为我国历代相传的无价瑰宝,进

入近几十年来,对于中草药的研究有急剧升温的趋势。但是由于中药中成分复杂,分离鉴定测定很困难,而要建立一种药物良好的质量控制方法更是困难。但是随着对于中草药成分研究的进展及现代分析技术和仪器越来越多的应用于中草药领域,特别是高效液相色谱法,这也是我们应当重点关注和进行研究的领域,可以看到,其前景还是很广阔的。

### 参考文献

- [1]孔德云. 丹参的化学成分. 中国医药工业杂志, 1989; 20(6): 279~85
- [2]刘燕, 谢培德, 王宝琴. 丹参及其制剂质量的评价方法. 中国中药杂志, 1990; 15(3): 31~4
- [3]王曙, 孙毅毅, 贾运涛, 等. 丹参脂溶性成分提取工艺初探. 华西医科大学学报, 1996; 27(2): 203~6
- [4]黎若熹, 徐远, 等. 复方丹参片中总丹参酮含量测定法. 医药工业, 1986; 17(11): 33~4
- [5]简洋辉, 徐国均, 金蓉鸾, 等. 中药丹参类的质量研究. 中国药科大学学报, 1989; 20(1): 5~9
- [6]陆锦芳, 施大文等. RP-HPLC法测定丹参药材与饮片丹参酮Ⅱ<sub>A</sub>的含量. 上海医科大学学报, 1992; 19(2): 154~6
- [7]王杰民, 何怀冰, 竺叶青, 等. RP-HPLC法测定丹参药材中丹参素及原儿茶醛含量. 上海医科大学学报, 1991; 18(1): 27~31
- [8]李元智, 黄英, 刘三康, 等. HPLC测定复方丹参片中原儿茶醛和丹参酮Ⅱ<sub>A</sub>. 华西药学期刊, 1996; 11(4): 213~5

## 褶合光谱法同时测定双唑泰栓中三主药含量

宁德俄

(深圳市人民医院药剂科 深圳 518020)

双唑泰栓是一种阴道栓剂,该栓剂由克霉唑、甲硝唑、醋酸氯己定(洗必泰)(20:25:1)三组分及栓剂基质羊毛脂、石蜡、脂肪酸甘油酯适量组成。中国药典95版<sup>[1]</sup>对三组分所用的测定方法分别是克霉唑多步提取后非水滴定;甲硝唑提取后测定UV吸收;洗必泰均多步提取后氧化还原滴定(间接滴定)。由

于提取步骤多而费时,引入多步误差。未有其它文献报道测定双唑泰栓三种主要成分的含量。本实验采用的褶合光谱法<sup>[2,3]</sup>,不仅成功地克服了多种基质的干扰,而且不经分离就能测得多组分含量,结果准确、迅速。

### 一、材料和方法

#### (一)材料:褶合光谱仪