

相为甲醇-0.2 mol/L 醋酸铵-冰醋酸(63:37:1)时,样品峰形对称,阴性无干扰。

3.3 供试品提取方法的选择:采用甲醇为提取溶剂,选用超声处理和加热回流两种提取方法进行比较。结果超声 2 次,每次 30 min,仍有有效成分残

留,而加热回流 60 min 时有效成分基本提取完全。

测定结果表明,选用甘草酸作为定量检测指标以及建立的 HPLC 色谱条件,方法灵敏度高、专属性强、重现性好,并通过对 10 批样品含量进行考察,可作为复方咳嗽枇杷颗粒质量控制指标之一。

## 常规粉碎与超微粉碎的丹参中丹酚酸 B 的比较

张爱军<sup>1</sup>, 戴 宁<sup>2</sup>

(1. 天津天士力集团,天津 300402; 2. 天津达仁堂制药厂,天津 300457)

丹参为唇形科植物丹参 *Salvia miltiorrhiza* Bunge 的干燥根及根茎,具有祛瘀止痛,活血通经,清心除烦的作用。其主要成分为脂溶性化合物如丹参酮 I<sub>A</sub> 等,水溶性化合物如丹参素、总酚酸等。丹酚酸 B 为总酚酸的主要成分,约占总酚酸的 70%<sup>[1]</sup>,具有改善血流循环、抗血栓、抗氧化等作用<sup>[2]</sup>,临床上广泛应用于治疗心血管系统疾病。

有文献报道采用 75% 甲醇提取丹酚酸 B,回流提取 30 min 即可达到峰值<sup>[3]</sup>,超声提取丹参中水溶性成分 20 min 时最佳<sup>[4]</sup>。超微粉碎技术采用机械或流体动力的方式,将物料颗粒粉碎至粒径小于 10 μm 的颗粒<sup>[5]</sup>,使细胞内的有效成分直接接触到提取用的溶媒,从而达到缩短药材提取时间及提高药材中有效成分的转移率。本实验以丹酚酸 B 为指标,比较经超微粉碎和常规粉碎对丹酚酸 B 提取效果的影响。

### 1 仪器与材料

Waters Allimce 高效液相色谱仪,2695 Separations Module 四元泵,真空脱气机,自动进样器,柱温箱,Waters 2996 二级管阵列检测器,Empower 色谱工作站。DK-98-1 型电热恒温水浴锅(天津市泰斯特仪器有限公司),JJ2000 型精密电子天平(常熟双杰测试仪器厂),FW80 型高速万能粉碎机(天津市泰斯特仪器有限公司),KQ-100DB 型数控超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司),BFM-6 型粉碎机(济南倍力粉技术工程有限公司)。试剂均为分析纯,纯化水,丹参药材来自陕西商洛天士力丹参 GAP 基地,丹酚酸 B 对照品(中国药品生物制品检定所)。

### 2 方法与结果

2.1 色谱条件<sup>[6]</sup>:色谱柱:Kromasil C<sub>18</sub> 色谱柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm);流动相:甲醇-乙腈-甲酸-水(30:10:1:59);检测波长:286 nm;体积流量:1 mL/min;柱温:25℃;进样量:10 μL。理论板数按丹酚酸 B 峰计算应不低于 2 000。

2.2 丹酚酸 B 对照品溶液的制备:精密称取丹酚酸 B 对照品适量,加 75% 甲醇制成 0.14 mg/mL 丹酚酸 B,作为对照品溶液。

2.3 供试品溶液的制备:称取常规或超微粉碎的丹参药材 35 g,加入 75% 乙醇 350 mL 超声提取 20 min,冷却,用 75% 乙醇补足质量,摇匀,滤过,取 5 mL 滤液,过 0.45 μm 微孔滤膜,取续滤液供 HPLC 分析。

2.4 HPLC 分析结果的比较:HPLC 图谱见图 1,结果见表 1。可以看出,常规粉碎的丹参提取液丹酚酸 B 的量为 1.12%,而超微粉碎为 2.92%,为常规粉碎的 2.6 倍。

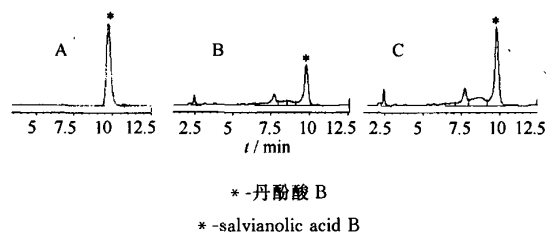


图 1 丹酚酸对照品(A)、常规粉碎丹参(B)和超微粉碎丹参(C)的 HPLC 图谱

Fig. 1 HPLC Chromatograms of salvianolic acid B reference substance (A), *S. miltiorrhiza* by general communication (B) and superfine communication (C)

### 3 讨论

表1 超微粉碎的和常规粉碎的丹参中丹酚酸B的  
HPLC分析结果比较

Table 1 HPLC Comparison of salvianolic acid B  
in superfined and general comminuted  
*S. miltiorrhiza*

| 丹参   | 丹酚酸B/% |
|------|--------|
| 常规粉碎 | 1.12   |
| 超微粉碎 | 2.92   |

本实验所得结果表明,药材经超微粉碎后,粒度更小,更均匀,大大提高了有效成分的提取率。

经过超微粉碎后,药材只需采用超声即可有大部分的有效成分溶出,尤其适用于热敏性物质的提取。同时,降低了生产过程的能量损耗,对于大生产有着节能降耗的意义。本试验为植物药提取的前处理又提供了一个新方法,对于如何更加合理及高效的使用中药材提供了一个新的研究方向。

#### References:

- [1] Du G H, Zhang J T. Water soluble ingredients of *Salvia miltiorrhiza* Bge. research results of salvianolic acids [J]. *Basic Med Sci Clin* (基础医学与临床), 2000, 20 (5): 394-398.
- [2] Li R S, Li Y Q. Research results of salvianolic acids [J]. *Lishizhen Med Mater Med Res* (时珍国医国药), 2003, 14 (6): 371-373.
- [3] Zhang Q W, Zhang Y, Li J P, et al. Determination of salvianolic acid B in Danshen by high performance liquid chromatography [J]. *China J Chin Mater Med* (中国中药杂志), 2001, 26 (12): 848-849.
- [4] Chen Y, Jia X B, Shi Y F, et al. Comparison research of determination of propanoic acid in Danshen with different methods [J]. *Jiangsu J Tradit Chin Med* (江苏中医药), 2003, 24 (6): 55-56.
- [5] Sheng Y, Liu C B, Tu M J. Applied advantage and outlook of modern production for Chinese herbal medicine using superfine comminution technique [J]. *China Powder Sci Tech* (中国粉体技术), 2003, 9 (3): 28-31.
- [6] *Ch P* (中国药典) [S]. Vol 1. 2005.

## 2006年全国药物质量分析学术研讨会

——《药物分析杂志》第二届普析通用杯征文通知(第二轮)

随着现代科学技术在药学领域的广泛应用和对药品质量要求的不断提高,药物质量研究已经越来越引起人们的重视,并取得令人瞩目的成绩。在中国药学会支持下,中国药学会药物分析专业委员会、《药物分析杂志》编辑部和普析通用仪器有限责任公司定于2006年9月下旬在四川省成都市举办《药物分析杂志》第二届普析通用杯全国药物质量分析学术研讨会。本届会议将由药物分析专家组成评委会,评选出一等奖2名,二等奖4名,三等奖8名,评选范围包括近期刊来稿及本次征文。本次会议评选出的优秀论文将获得学分,并在本刊优先发表。现将有关征文事宜通知如下:

### 一、征文内容

1. 液相-质谱、气相-质谱联用、薄层色谱、毛细管电泳等色谱分析在化药、中药、抗生素质控中的应用
2. 近红外、热分析、X-射线粉末衍射法在药物多晶中的应用
3. 药物体内代谢研究
4. 生化药物、蛋白质、肽类药物、基因工程药物分析、药物放射性免疫分析
5. 药物原料、制剂及新剂型的研究、药用辅料及药包材质量分析
6. 残留溶剂、残留农药及重金属在药品中的检测
7. 药物、毒物快速检验;食品、保健品中非法添加药物的检测技术
8. 其他

### 二、撰稿要求

1. 论文应是未公开发表的、已投《药物分析杂志》的文章,尚未刊出的稿件也可参评(但需另付评审费)。综述一般不超过5000字,研究论文一般不超过3000字。论文体例、格式请参见本刊2006年第1期稿约。

2. 每篇稿件需附单位介绍信及200元稿件评审费(不交评审费,不能参评)。

3. 征文截止日期:2006年6月30日。

### 三、投稿方式及联系人

评审费邮寄:100050,北京天坛西里2号 中国药品生物制品检定所《药物分析杂志》编辑部

投稿请发电子邮件:ywfx@nicpbp.org.cn 或 ywfxzz@126.com

来稿请注明“会议征文”字样,以区别于其他投稿,并注明联系电话,谢谢合作!

电话:(010) 67058427, (010) 67095201;传真:(010) 67012819;联系人:刘小帅