

## HPLC 法测定丹参中原儿茶醛

孟 琼<sup>1</sup>, 曹永智<sup>1</sup>, 邓良根<sup>2</sup>, 王少科<sup>2</sup>

(1. 陕西旭煌植物科技发展有限公司, 陕西 西安 710068; 2. 西安高科陕西金方药业公司, 陕西 宝鸡 722406)

丹参是临床上常用的活血化瘀的要药, 为唇形科植物丹参 *Salvia miltiorrhiza* Bunge 的根。丹参的活性成分主要分为脂溶性和水溶性两类。其脂溶性成分主要是丹参酮、隐丹参酮、丹参酮 II<sub>A</sub> 等。然而中医传统用药方法是用其水煎剂, 即丹参的水溶性部位。所以研究丹参的水溶性成分更有意义。丹参水溶性成分主要是丹参素、原儿茶醛、迷迭香酸、紫草酸以及丹酚酸 A、B、C、D、E、F、G 等。《中国药典》2000 年版中对丹参仅测定丹参酮 II<sub>A</sub> 一种成分, 在《中国药典》2005 年版中增加了丹酚酸 B 的 HPLC 测定, 但原儿茶醛一直未做要求, 该成分在制剂(丹参注射液)中作为质量控制成分之一, 本实验建立了一种用 HPLC 测定丹参中原儿茶醛, 为控制丹参药材质量又提供了一种可靠的方法。

### 1 仪器与试剂

1.1 仪器: LC-10AT VP 高效液相色谱仪及 SPD-10A 紫外可见光检测器(日本岛津), GS2010 型色谱工作站(北京汇博精瑞科技有限公司)。

1.2 试剂: 甲醇(色谱纯), 水(二次重蒸水), 醋酸铵(分析纯), 磷酸(分析纯), 原儿茶醛对照品(中国药品生物制品检定所); 丹参样品(陕西凤翔县药材公司, 产地: 陕西丹凤), 经陕西省宝鸡市药品检验所中药室鉴定, 符合药典标准。

### 2 方法

2.1 色谱条件: 色谱柱: Inertsil ODS-3 (150 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇-0.2 mol/L 醋酸铵(用磷酸调 pH 2.3)(14: 86)为流动相; 检测波长为 280 nm; 柱温: 25 °C; 体积流量: 1.0 mL/min; 进样量: 10 μL。理论板数按原儿茶醛峰计算不得低于 3 000。在此色谱条件下, 原儿茶醛与样品中杂质分离完全。结果见图 1。

2.2 对照品溶液的制备: 精密称取原儿茶醛对照品适量, 置量瓶中加 5% 甲醇制成 20 μg/mL 的溶液。

2.3 供试品溶液的制备: 取样品粉末(过 2 号筛) 5.0 g, 加水约 500 mL 静置 12 h 后, 置电炉煎煮 4 h, 放至室温, 滤过, 加水至 500 mL。用 0.45 μm 微

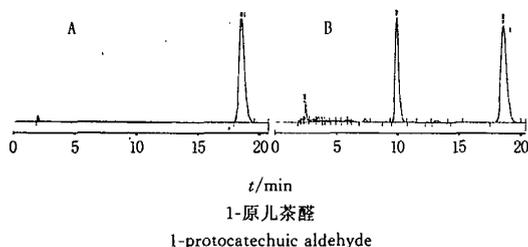


图 1 原儿茶醛对照品(A)与丹参样品(B)色谱图  
Fig. 1 HPLC Chromatograms of protocatechuic aldehyde references substance (A) and *S. miltiorrhiza* sample (B)

孔滤膜滤过, 即得供试品溶液。

2.4 标准曲线制备: 取质量浓度为 23.4 μg/mL 的原儿茶醛对照品溶液分别进样 2、5、10、15 μL, 质量浓度为 99.2 μg/mL 的原儿茶醛对照品溶液分别进样 10、12、15 μL, 测定峰面积。以峰面积为纵坐标(Y)原儿茶醛进样量为横坐标(X), 回归得标准曲线方程  $Y = 10.2364 + 628.9873X$ ,  $r = 0.9998$ 。结果表明, 原儿茶醛进样量在 0.046 8~1.488 μg 与峰面积有良好的线性关系。

2.5 回收率试验: 精密称取含原儿茶醛 0.243% 的丹参药材 5 份, 每份 2 g, 分别精密加入 4 mg 原儿茶醛对照品, 制备供试品溶液, 进样测定, 结果原儿茶醛的平均回收率为 99.58%, RSD 为 1.18% ( $n = 5$ )。

2.6 精密度试验: 精密吸取 20 μg/mL 原儿茶醛对照品溶液 10 μL, 注入 HPLC 色谱仪, 重复进样 6 次, 记录峰面积, 计算得其 RSD 为 0.52%。

2.7 稳定性试验: 吸取陕西商洛 A 产地的丹参药材供试溶液 10 μL, 分别于 0、2、4、6、8 h 进行测定, 测得原儿茶醛的质量分数平均值为 0.225%, RSD 为 1.57%, 结果表明供试品溶液在 8 h 内稳定。

2.8 重现性试验: 精密称取同一批原料 5 份, 制备供试品溶液, 分别测定丹参中原儿茶醛, 结果平均质量分数为 0.212%, RSD 为 1.67%。

2.9 样品测定: 按上述色谱条件操作, 分别对 5 批药材的供试溶液分别进行测定, 进样量 10 μL, 采用外标法计算, 结果见表 1。

表 1 丹参药材中原儿茶醛的测定 (n=5)

Table 1 Determination of protocatechuic aldehyde in *Radix Salvia Miltiorrhizae* (n=5)

产地	原儿茶醛/%	RSD/%
陕西商洛 A	0.225	1.25
B	0.243	0.79
C	0.219	0.98
陕西蒲城 A	0.207	0.47
B	0.244	1.03

3 讨论

3.1 流动相选择:在实验中所述色谱条件下,本实验选择不同比例的甲醇-醋酸铵缓冲液、乙腈-醋酸

铵缓冲液作流动相进行试验,经比较以甲醇-醋酸铵缓冲液(用磷酸调 pH 2.3)(14:86)作流动相,样品中原儿茶醛可获得良好的分离效果,理论塔板数以原儿茶醛峰计算约为 3 000。在上述条件下,原儿茶醛与杂质分离符合要求。

3.2 溶媒及提取时间、提取方式的选择:分别用不同体积分数的甲醇和水作溶媒对样品进行提取方法的摸索。经测定,以水作为提取溶剂,处理样品最佳。通过对回流提取和煎煮提取比较,发现用水将丹参浸泡 12 h 后煎煮 4 h,已将样品中原儿茶醛提取完全。

羌活种子贮藏和处理方法的研究

杨植松<sup>1</sup>, 尚文艳<sup>2</sup>, 黄荣利<sup>2</sup>

(1. 承德颈复康药业集团有限公司, 河北 承德 067000; 2. 承德职业学院, 河北 承德 067000)

羌活为伞形科植物羌活 *Notopterygium incisum* Ting ex H. T. Chang 或宽叶羌活 *N. forbesii* Boiss. 的根茎和根,是一种常用中药材,具有散寒祛风、除湿止痛之功能,用于风寒感冒、头痛、风湿痹痛、肩背酸痛等症<sup>[1]</sup>。由于近些年来羌活的需求量逐年增加和价值因素的刺激,无序和掠夺性采挖,造成了野生资源处于濒危状态。为了缓解供需矛盾,保护野生资源,目前很多地方已经开展了引种驯化和栽培工作。针对宽叶羌活栽培中种子发芽率低、隔年出苗、难保全苗等情况,根据其种子为胚后熟休眠特性<sup>[2]</sup>,本实验对宽叶羌活的野生种子进行了不同贮藏方法和利用赤霉素浸种打破休眠的试验研究,揭示宽叶羌活种子贮藏和利用赤霉素处理与发芽率的关系,为宽叶羌活人工栽培提供理论依据。

1 材料与与方法

1.1 种子来源:试验用的宽叶羌活种子是 2004 年秋季在甘肃省临洮县采集的野生种子。经颈复康药业集团公司计福全高级工程师和张学文副主任中药师鉴定为宽叶羌活 *N. forbesii* Boiss. 的种子。

1.2 赤霉素:试验用的赤霉素是瑞丰生化有限责任公司生产的 80%赤霉素结晶粉。

1.3 处理与编号:本试验采用 11 种处理,处理与编号见表 1。

采集的宽叶羌活种子及时晾干,存放于库温为

15~20 ℃的种子库,至 2005-01-25 取出,数取 300 粒饱满成熟的种子 11 份,分别编号。

表 1 材料处理与编号

Table 1 Materials processing and their codes

编号	处 理
1	室内干藏
2	室外干藏
3	室内干藏用 200 mg/L 赤霉素处理 24 h
4	室内干藏用 500 mg/L 赤霉素处理 24 h
5	室外干藏用 200 mg/L 赤霉素处理 24 h
6	室外干藏用 200 mg/L 赤霉素处理 24 h
7	用 200 mg/L 赤霉素处理 24 h 后室内贮藏
8	用 500 mg/L 赤霉素处理 24 h 后室内贮藏
9	用 200 mg/L 赤霉素处理 24 h 后冰箱冷藏
10	用 500 mg/L 赤霉素处理 24 h 后冰箱冷藏
11	先室内干藏再冰箱冷藏

1、3、4 号存放于 20 ℃左右的室内,2、5、6 号存放于室外的干燥、通风、背阴处至 2005-05-09 取出,3、5 号用 200 mg/L 赤霉素,4、6 号用 500 mg/L 赤霉素分别浸种 24 h;2005-01-25 日 7、9 号用 200 mg/L 赤霉素,8、10 号用 500 mg/L 赤霉素分别浸种 24 h,次日 7、8 号存放于 20 ℃左右的室内;9、10 号存放于 -5 ℃冰箱内;11 号自 2005-01-25 日存放于 20 ℃左右的室内至 2005-03-14 取出,再存放于 -5 ℃冰箱内冷藏至 2005-05-09。

1.4 试验设计:本试验采用随机区组设计,重复 3 次,每个发芽床(直径为 10 mm 的培养皿)均匀摆放