

表 1 荨麻根提取物中多糖的测定结果($n=3$)

Table 1 Determination of polysaccharides in extracts of *Radix Urticae* roots ($n=3$)

样 品	多糖/%	RSD/%
裂叶荨麻	37.94	0.73
滇藏荨麻	20.63	0.71

步的研究中。

References:

[1] Wang M Y, Wei Y F. The investigation of officinal *Urtica* plants in folk [J]. *Chin J Ethnomed Ethnopharm* (中国民族民间医药杂志), 2001(6): 345-346.

[2] Wang Y Q, Feng B M. Review on the research of BPH treatment by *Urtica* plant [J]. *J Dalian Univ* (大连大学学报) 2005, 26(2): 54-57.
 [3] Linus J J, Muth C. The inhibiting effects of *Urtica dioica* root extracts on experimentally induced prostatic hyperplasia in mouse [J]. *Planta Med*, 1997, 63: 307-310.
 [4] Linus J J, Lens C, Lindemann P, et al. Antiproliferative effect of a polysaccharide fraction of 20% methanolic extract of stinging nettle roots upon epithelial cell of the human prostate (LNCaP) [J]. *Pharmazie*, 1999, 54(10): 768-771.
 [5] Wei Y F, Wang M Y. Extraction and determination of polysaccharides in *Urtica fissa* E. Pritz [J]. *West China J Pharm Sci* (华西药科学杂志), 2001, 16(6): 469-470.

HPLC 法测定心可舒胶囊和心可舒片中丹酚酸 B

魏惠珍¹, 黄周华¹, 崔金国², 黎 莉², 饶 毅^{1,2*}, 杨世林¹

(1. 中药固体制剂制造技术国家工程研究中心, 江西 南昌 330006; 2. 江西中医学院, 江西 南昌 330006)

心可舒制剂处方由山楂、丹参、葛根、三七、木香组成, 具有活血化瘀、行气止痛的功效, 用于气滞血瘀型冠心病引起的胸闷、心绞痛、高血压、头晕、头痛、颈项疼痛及心律失常、高血脂等症。心可舒胶囊和片剂分别被收载于《中华人民共和国卫生部药品标准》中药成方制剂第 15、16 册, 但在其质量标准中均无定量测定项目。丹参是本处方中主药, 其活性成分丹酚酸 B 为主要的治疗心血管疾病的活性成分, 因此本实验参考《中国药典》2005 年版一部丹参药材项下丹酚酸 B 的测定方法对心可舒胶囊和片剂中的丹酚酸 B 进行测定, 结果准确, 方法专属性强, 精密度高, 重现性好, 能更好地控制其质量。

1 仪器、试剂和药品

日本岛津 LC-10ATVP 高效液相色谱仪, SPD-M10AVP 检测器, CLASS-VP 色谱工作站。

乙腈为色谱纯, 甲醇、磷酸为分析纯, 水为超纯水, 丹酚酸 B 对照品(批号 111562-200302, 供定量测定用)由中国药品生物制品检定所提供, 心可舒胶囊由山西德元堂药业有限公司提供, 心可舒片由山东沃华医药科技股份有限公司提供。

2 方法和结果

2.1 色谱条件: 色谱柱为 Shimadzu Shim-pack Vp-ODS(250 mm×4.6 mm, 5 μ m); 流动相: 乙腈-0.1%磷酸(24:76); 体积流量: 1.0 mL/min; 进样量: 10 μ L; 检测波长: 286 nm。色谱图见图 1。

2.2 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 0.154 mg/mL 的溶液, 即得。

2.3 供试品溶液的制备: 取心可舒胶囊、心可舒片各 20 粒或片, 研细, 取约 1 g, 精密称定, 分别置具塞锥形瓶中, 精密加入 75% 甲醇 50 mL, 密塞, 称定质

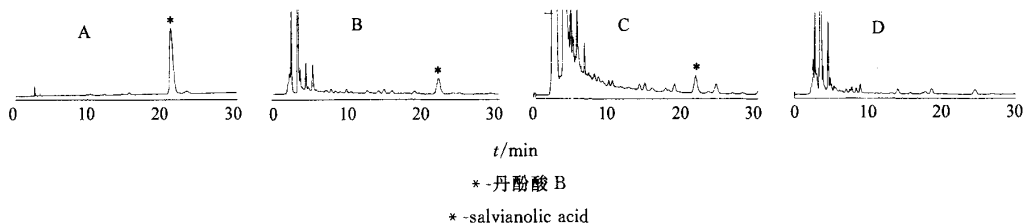


图 1 丹酚酸 B 对照品(A)、心可舒片(B)、心可舒胶囊(C)和阴性对照(D)的 HPLC 图谱

Fig. 1 HPLC Chromatograms of salvianolic acid B reference substance (A), Xinkeshu Tablets (B), Xinkeshu Capsula (C), and negative sample (D)

收稿日期: 2006-10-15

作者简介: 魏惠珍(1965—), 女, 江西南昌人, 副教授, 主要从事中药质量控制研究工作。

Tel: (0791)7119651 E-mail: weihuizhen_101@126.com

* 通讯作者 饶 毅 Tel: (0791)7119609 E-mail: raoyi99@126.com

量,超声处理(功率 250 W,频率 50 kHz)25 min,放冷,再称定质量,用 75%甲醇补足减失的质量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

2.4 阴性对照溶液的制备:取缺丹参药材的处方量药材,参照制剂工艺过程制备阴性样品,按照供试品溶液的制备操作,即得。

2.5 线性关系考察:取 0.154 mg/mL 丹酚酸 B 对照品溶液,分别进样 2、5、8、10、15、20 μL ,测定丹酚酸 B 的峰面积值。以峰面积平均值为纵坐标,质量浓度为横坐标,绘制标准曲线,得回归方程 $Y=144\,297\,X-828.22$, $r=0.999\,9$,表明丹酚酸 B 在 0.308~3.08 μg 线性关系良好。

2.6 精密度试验:称取批号 5002001 心可舒胶囊粉末 1 g,制备供试品溶液,精密吸取供试品溶液 10 μL ,重复进样 6 次,进样测定丹酚酸 B 峰面积,结果其 RSD 为 0.41%。

2.7 重现性试验:称取批号 5002001 心可舒胶囊和批号 051014 心可舒片粉末各 6 份,每份 1 g,精密称定,制备供试品溶液,进样 10 μL 测定,每份两次,以峰面积平均值计算质量分数,结果心可舒胶囊和心可舒片中丹酚酸 B 质量分数的 RSD 分别为 1.02%、0.98%。

2.8 稳定性试验:称取批号 5002001 心可舒胶囊粉末 1 g,制备供试品溶液,精密吸取供试品溶液 10 μL ,分别在 0、2、4、6、8、16、24 h 进样测定丹酚酸 B 峰面积,计算。结果其 RSD 为 0.57%。表明供试品溶液在 24 h 内稳定。

2.9 回收率试验:取批号 5002001 的心可舒胶囊粉末约 0.5 g(含丹酚酸 B 1.6 mg)共 6 份,精密称定。

分别按相当于样品中丹酚酸 B 质量的 80%、100%、120%的质量加入对照品,制备供试品溶液,进样测定,计算回收率。结果丹酚酸 B 的平均回收率为 99.48%,RSD 为 1.24%。

2.10 样品的测定:分别称取心可舒胶囊和心可舒片粉末约 1 g,精密称定,制备供试品溶液,精密吸取 10 μL 进样,测定峰面积,以外标法计算,结果见表 1。

表 1 心可舒制剂中丹酚酸 B 的测定结果($n=3$)

Table 1 Determination of salvianolic acid B in Xinkeshu preparations ($n=3$)

制 剂	批 号	丹酚酸 B/(mg $\cdot$ g $^{-1}$)
心可舒胶囊	5002001	3.23
	5003014	3.46
心可舒片	051014	9.07
	060434	9.57
	060534	9.23

3 讨论

在进行色谱条件选择过程中,分别考察了流动相 甲醇-乙腈-甲酸-水(30:10:1:59)、乙腈-0.1%磷酸(24:76))和不同色谱柱 Hypersil ODS2 柱、Waters Symmetry 柱、Shimadzu Shim-pack Vp-ODS 柱对分离效果的影响。结果以流动相 乙腈-0.1%磷酸和 Shimadzu Shim-pack Vp-ODS 色谱柱的分离效果较好。

《中国药典》2005 年版一部丹参药材项下选择 75%甲醇为提取溶剂。由于丹酚酸 B 对热不稳定,故采用超声提取,同时辅以循环水降温的方法,考察不同的提取时间(15、25、35、45 min)。结果表明,超声 25 min 已能将样品中的丹酚酸 B 提取完全,因此选择 75%甲醇为提取溶剂,超声提取 25 min。

炮制时间对酒白芍中芍药苷的影响

徐菲拉¹, 石森林², 何军民³

(1. 金华市中心医院, 浙江 金华 321000; 2. 浙江中医药大学, 浙江 杭州 310053;

3. 东阳市红十字会医院, 浙江 东阳 322100)

白芍为毛茛科植物芍药 *Paeonia lactiflora* Pall. 的干燥根。具平肝止痛、养血调经、敛阴止汗功效,其临床常用饮片有生白芍、炒白芍、酒白芍 3 种^[1]。白芍的主要成分为芍药苷,因此芍药苷是评价白芍质量的基本指标。本实验以芍药苷为指标,考察

炮制时间对酒白芍质量的影响,这对改进白芍炮制方法,提高饮片质量提供实验依据。

1 材料与仪器

高效液相色谱仪 Agilent1100、检测器 UVD,美国 Agilent 公司;PL5124 型纯水机,美国 PALL 公