

# 不同炮制方法对丹参药材中丹酚酸 B 的影响

陆小华\*

(江苏盛泽医院, 江苏 吴江 215228)

**[摘要]** 目的:考察丹参不同炮制品中丹酚酸 B 的含量差异。方法:采用高效液相色谱法对各种丹参炮制品中的丹酚酸 B 进行含量测定。结果:各炮制品中,酒丹参中丹酚酸 B 含量最高,醋丹参次之,其次是生丹参,米炒丹参和炒丹参中丹酚酸 B 的含量很少,丹参炭中丹酚酸 B 的含量最低。结论:丹酚酸 B 热稳定性差,乙醇和酸性添加剂可增加丹酚酸 B 的热稳定性。

**[关键词]** 丹参;炮制;丹酚酸 B

**[中图分类号]** R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2012)02-0103-03

## Affect of Different Processing Methods on Salvianolic Acid B of *Salvia miltiorrhiza*

LU Xiao-hua\*

(Shengze Hospital of Jiangsu Province, Wujiang 215228, China)

**[Abstract]** **Objective:** To investigate the content of salvianolic acid B in different processed *Salvia miltiorrhiza* products. **Method:** The content of salvianolic acid B in different processed *S. miltiorrhiza* products was determined by efficient liquid chromatography. **Result:** In the processed products, the content of salvianolic acid B in liquor *S. miltiorrhiza* was the highest, that in vinegar *S. miltiorrhiza* was lower, followed by health *Salvia*, rice fried *Salvia* and fried *Salvia*, and that in *Salvia* carbon was the lowest. **Conclusion:** Salvianolic acid B is unstable in heat. Ethanol and acid additives can increase the thermal stability of salvianolic acid B.

**[Key words]** *Salvia miltiorrhiza* Bunge; processing; salvianolic acid B

丹参为双子叶植物唇形科 *Salvia miltiorrhiza* Bunge 的干燥根及根茎。具有活血调经,凉血消痈,祛瘀止痛,养血安神,清心除烦等功效<sup>[1]</sup>。丹参根部主含水溶性的酚酸成分和脂溶性的二萜类成分<sup>[2]</sup>。丹参有很多种炮制方法,有炒丹参、米炒丹参、丹参炭、醋丹参、酒丹参等<sup>[3]</sup>,顾瑶华等<sup>[4]</sup>曾经研究过不同的炮制方法对丹参中脂溶性成分的含量影响。丹酚酸 B 作为丹参水溶性成分的代表,同样也是丹参药理学作用的物质基础。本文旨在研究不同炮制方法下丹参中丹酚酸 B 含量的变化,为丹参炮制方法的研究提供理论基础。

### 1 材料

丹参购买于苏州市天灵中药饮片厂,并且按照

2010 年版《中国药典》质检合格;丹酚酸 B 对照品(批号 11562-200907)由中国药品生物制品检定所提供。使用试剂中甲醇为色谱纯,水为超纯水,其余为分析纯。电子天平(德国 Sartorius 公司)、R200D 型 1/10 万电子分析天平(德国 Sartorius 公司)、日本岛津高效液相色谱仪(配 LC-20AT 型二元高压梯度泵)、薄层色谱成像仪(瑞士 CAMAG 公司 REPROSTAR3 型)、定量点样器(瑞士 CAMAG 公司 NANOMAT4 型)、CBM-20A 系统连接器、SPD-M20A 型二极管阵列检测器、7725i 手动定量进样阀、CT0-10AS 柱温箱、微量进样器,LC solution 工作软件。

### 2 方法与结果

#### 2.1 丹参炮制品的制备

**2.1.1 炒丹参的制备** 丹参文火炒至紫褐色,出现焦斑,取出后放凉,即得炒丹参。

**2.1.2 丹参炭的制备** 丹参用武火炒至内外呈焦黑色为度,喷洒适量凉水,取出放凉,即得丹参炭。

**[收稿日期]** 2011-06-17

**[通讯作者]** \*陆小华,副主任中药师, Tel: 18906256067, E-mail: luxiaohua\_zly@163.com

**2.1.3 米炒丹参的制备** 先用水润湿锅,将米撒贴于锅内,加热至米冒烟时,把丹参倒入锅中,不断翻动,至丹参片由红转深紫色,出锅,筛去米粒,冷却即得。每丹参片 100 kg,用米 20 kg。

**2.1.4 酒丹参的制备** 丹参用黄酒拌匀,闷透。置锅内用文火炒干,取出放凉,即得酒制丹参。每丹参片 100 kg,用黄酒 10 kg。

**2.1.5 醋丹参的制备** 取丹参片,用醋拌匀,闷透。置锅内用文火炒干,取出放凉,即得醋制丹参。每丹参片 100 kg,用米醋 10 kg。

## 2.2 丹酚酸 B 的高效液相色谱法 (HPLC) 测定

**2.2.1 色谱条件** 流动相乙腈-0.1% 磷酸 (21:79),流速为 1.0 mL·min<sup>-1</sup>,色谱柱为 Kromasil C<sub>18</sub> (4.6 mm × 250 mm, 5 μm),柱温为室温,检测波长为 286 nm。

**2.2.2 对照品溶液的制备** 精密称取 12.65 mg 丹酚酸 B 对照品,置于 50 mL 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,即得 253 mg·L<sup>-1</sup>对照品溶液。

**2.2.3 供试品溶液的制备** 精密称取供试药粉 0.500 0 g,小心加入 25 mL 75% 甲醇,用封口膜密封严实,超声 30 min 后放冷,用 0.45 μm 微孔滤膜滤过,即得供试品溶液。

**2.2.4 线性关系考察** 精密吸取对照品 1, 2, 4, 8, 16, 32, 依次进样,测定峰面积积分值。以进样量 (μL) 为横坐标,以色谱峰面积为纵坐标进行回归分析,可求得回归方程为  $Y = 26\ 507.6 + 234\ 478.2X$  ( $r = 1.000$ )。结果表明丹酚酸 B 在 0.253 ~ 8.096 μg 线性关系良好。

**2.2.5 精密度** 精密吸取丹酚酸 B 对照品 10 μL,按照上述色谱条件连续进样 5 次,得丹酚酸 B 的峰面积,测得 RSD 0.63%。

**2.2.6 重复性** 按照上述供试品制备的方法,依次制备 5 份丹参 70% 乙醇回流提取物供试品溶液,供试品溶液中丹酚酸 B 的含量平均值为 6.253 0%, RSD 2.12% ( $n = 5$ )。表明本法重复性良好。

**2.2.7 稳定性** 精密吸取对照品溶液以及供试品溶液 10 μL,于 0, 2, 4, 8, 16 h 分别进样,测定峰面积, RSD 分别为 0.74%, 0.86%。结果表明对照品溶液以及供试品溶液在 16 h 内基本稳定。

**2.2.8 加样回收率** 精密称定 5 份丹参 70% 乙醇回流提取物药粉,每份 0.050 0 g,分别加入 5, 5, 7.5, 7.5, 10 mL,质量浓度为 10.75 mg·L<sup>-1</sup> 的丹酚酸 B 对照品,加甲醇补足溶液量至 25 mL,按上述供试品溶液制备方法制备成供试品溶液,测得 5 份样

品的平均加样回收率为 98.76%, RSD 1.35%, 见表 1。

表 1 丹参药材中丹酚酸 B 占加样回收率的测定

称样量 /mg	样品中 B 量 /mg	加入量 /mg	回收率 /%	平均值 /%	RSD /%
50.01	3.132 8	0.053 8	98.94		
49.98	3.125 2	0.053 8	101.04		
50.03	3.128 4	0.080 6	98.12	98.7	1.35
50.02	3.127 8	0.080 6	97.01		
49.97	3.124 6	0.107 5	102.02		

**2.2.9 样品测定** 分别精密吸取对照品溶液和各供试品溶液各 20 L,进样测定,计算样品中丹酚酸 B 的含量,结果见表 2。

表 2 丹参不同炮制品中丹酚酸 B 的测定 ( $n = 5$ ) %

样品	丹酚酸 B	RSD
生丹参	4.15	1.57
炒丹参	4.02	1.21
丹参炭	3.98	0.96
米炒丹参	4.05	1.23
酒丹参	4.23	1.98
醋丹参	4.18	1.62

## 3 讨论

丹参酸 B 是由 3 个分子的丹参素和 1 个分子的咖啡酸缩合形成的,具有 2 个羧基,以不同的盐的形式存在 ( $K^+$ ,  $Ca^{2+}$ ,  $Na^+$ ,  $NH_4^+$  等复合形式),酯键的存在决定了它在水溶液中的不稳定性<sup>[5]</sup>。在煎煮、浓缩过程中,少部分丹酚酸水解生成紫草酸和丹参素<sup>[6]</sup>,一部分丹参素在酸性条件下变为迷迭香酸。有研究发现丹酚酸 B 对温度很敏感,丹参提取液中的丹酚酸 B 含量随着加热方式的不同,会有很大的差别,而且其含量随温度变化的规律符合一级动力学方程<sup>[7]</sup>。同时,丹酚酸 B 的含量还受 pH、提取溶剂和缓冲盐浓度等的影响。研究表明在  $1 < pH < 7$  时,丹酚酸 B 的稳定性随着 pH 的降低而提高,丹酚酸 B 在  $pH < 2$  时最稳定,而在  $pH 12$  时迅速分解<sup>[8]</sup>。同时还有研究发现,乙醇体系有利于丹酚酸 B 的稳定,而酸性添加剂可以增加丹酚酸 B 的热稳定性<sup>[9]</sup>。

丹参清炒法最初见于唐代,主要目的在于减轻丹参的寒凉之性<sup>[10]</sup>,但丹酚酸 B 破坏太大,所以炒法炮制品很少应用于后世。自明代起,酒炙法被认

为不仅能够缓和丹参的寒凉之性,还能增强其活血祛瘀及调经之功效,成为丹参的主要炮制方法。而醋制丹参乃是根据活血化瘀类药材常用制法推广应用于丹参而得的一个炮制方法。根据本实验结果分析来看,丹酚酸 B 是一种不稳定的化合物,不同炮制品丹酚酸 B 的含量为酒丹参 > 醋丹参 > 生丹参 > 米炒丹参 > 炒丹参 > 丹参炭。炒制品丹酚酸 B 的含量均低于生丹参中的含量,提示丹酚酸 B 随着炒制温度的升高,破坏程度也随之加深。而酒制丹参和醋制丹参中丹酚酸 B 含量最高,这也与前人的研究结论乙醇和酸性添加剂均有利于增加丹酚酸 B 的热稳定性<sup>[11-12]</sup>相符合。

综上所述,笔者认为可以从以下几个方面来提高丹酚酸 B 的稳定性,增加其提取效率:① 降低提取温度,采用超声提取,超临界 CO<sub>2</sub> 萃取等方法,将温度对丹酚酸 B 的影响最轻量化。② 改进提取溶剂,适当加用乙醇可增加丹酚酸 B 的热稳定性。③ 降低溶剂的 pH,在提取溶剂中加用酸性添加剂,增加丹酚酸 B 的热稳定性。④ 丹酚酸 B 络合,丹参中存在大量丹酚酸 B 镁盐,说明丹酚酸 B 与某些盐类络合后较为稳定,提示可以试着将丹酚酸 B 制成络合盐的形式,以提高其稳定性。而具体使用什么样的提取方法,溶剂中添加乙醇和酸性添加剂的量具体多少才是最佳,还需要进一步的正交试验来确定。

#### [参考文献]

[1] 李懿. 炮制对丹参有效成分含量的影响[J]. 科技资

讯, 2010(22): 221.

[2] 中国药典. 一部[S]. 2005: 52.

[3] 龚千峰. 中药炮制学[M]. 北京: 中国中医药出版社, 2007: 171.

[4] 顾瑶华, 朱悦. 丹参不同炮制品中丹参酮 II<sub>A</sub> 的含量差异研究[J]. 中成药, 2010, 32(2): 252.

[5] 朱金墙, 闫晨, 康立源. 丹酚酸 B 的稳定性及其降解机理研究进展[J]. 中国中医药信息杂志, 2010, 17(12): 113.

[6] 王欢. 丹酚酸 B 的含量测定方法研究进展[J]. 江西中医药, 2010, 6(6): 78.

[7] 倪力军, 鄢科芳, 张立因. 加热方式对丹酚酸提取物质量的影响[J]. 中药新药与临床药理, 2006, 17(1): 55.

[8] 卢召战, 朱靖博, 刘天赐. pH 及添加剂对丹酚酸 B 水溶液稳定性的影响[J]. 大连工业大学学报, 2008, 27(3): 209.

[9] 曲桂武, 岳喜典, 李桂生. 添加剂对丹参酚酸 B 水溶液稳定性的影响[J]. 中草药, 2005, 36(11): 1654.

[10] 王芍, 戴佳锟, 李燕. 影响丹参质量标准因素的研究进展[J]. 西北药学杂志, 2011, 26(1): 75.

[11] 张永东, 钟颖, 谭鸿毅. 高效液相色谱法测定复方丹参喷雾剂中丹酚酸 B 和丹参酮 II<sub>A</sub> 的含量[J]. 中南药学, 2010, 8(6): 434.

[12] 丁菊英, 张典瑞. 芪参玉液胶囊中丹酚酸 B 的含量测定[J]. 中国实验方剂学杂志, 2010, 16(1): 35.

[责任编辑 蔡仲德]

## 本刊欢迎网上投稿

《中国实验方剂学杂志》2010 年正式施行网上投稿, 请登录本刊网站 [www.syfjxzz.com](http://www.syfjxzz.com) 注册会员, 登陆采编系统之后按照提示在线投稿。本刊对网上来稿免收稿件处理费。编辑部对来稿有修改权。经审后, 如录用, 请按通知要求交纳论文发表费。详见本刊稿约。