**丹参及酒丹参饮片品种中丹参酮类含量测定和丹酚酸B含量测定项目的检验方法**

**丹 参**

Danshen

SALVIAE MILTIORRHIZAE

RADIX ET RHIZOMA

本品为唇形科植物丹参*Salvia miltiorrhiza* Bge. 的干燥根和根茎。春、秋二季采挖，除去泥沙，干燥。

【性状】 本品根茎短粗，顶端有时残留茎基。根数条，长圆柱形，略弯曲，有的分枝并具须状细根，长10～20cm，直径0.3～lcm。表面棕红色或暗棕红色，粗糙，具纵皱纹。老根外皮疏松，多显紫棕色，常呈鳞片状剥落。质硬而脆，断面疏松，有裂隙或略平整而致密，皮部棕红色，木部灰黄色或紫褐色，导管束黄白色，呈放射状排列。气微，味微苦涩。

栽培品较粗壮，直径0.5～1.5cm。表面红棕色，具纵皱纹，外皮紧贴不易剥落。质坚实，断面较平整，略呈角质样。

【鉴别】（1）本品粉末红棕色。石细胞类圆形、类三角形、类长方形或不规则形，也有延长呈纤维状，边缘不平整，直径14～70μm，长可达257μm，孔沟明显，有的胞腔内含黄棕色物。木纤维多为纤维管胞，长梭形，末端斜尖或钝圆，直径12～27μm,具缘纹孔点状，纹孔斜裂缝状或十字形，孔沟稀疏。网纹导管和具缘纹孔导管直径ll～60μm。

(2) 取本品粉末lg,加乙醇5ml，超声处理15分钟，离心，取上清液作为供试品溶液。另取丹参对照药材lg,同法制成对照药材溶液。再取丹参酮ⅡA对照品、丹酚酸B对照品，加乙醇制成每1ml分别含0.5mg和1.5mg的混合溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（通则0502)试验，吸取上述三种溶液各5μ1,分别点于同一硅胶G薄层板上，使成条状，以三氯甲烷－甲苯－乙酸乙酯-甲醇－甲酸(6:4:8:1:4)为展开剂，展开，展至约4cm，取出，晾干，再以石油醚(60～90℃)-乙酸乙酯(4:1)为展开剂，展开，展至约8cm，取出，晾干，分别置日光及紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点或荧光斑点。

【检查】水分 不得过13.0%(通则0832 第二法）。

总灰分 不得过10.0%(通则2302)。

酸不溶性灰分 不得过3.0%(通则2302)。

重金属及有害元素 照铅、镉、砷、汞、铜测定法（通则2321 原子吸收分光光度法或电感耦合等离子体质谱法）测定，铅不得过5mg/kg；镉不得过1mg/kg；砷不得过2mg/kg；汞不得过0.2mg/kg；铜不得过20mg/kg。

【浸出物】水溶性浸出物 照水溶性浸出物测定法（通则2201)项下的冷浸法测定，不得少于35.0%。

醇溶性浸出物照 醇溶性浸出物测定法（通则2201)项下的热浸法测定，用乙醇作溶剂，不得少于15.0%。

【含量测定】丹参酮类 照高效液相色谱法（通则0512)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈为流动相A，以0.02%磷酸溶液为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；柱温为20℃；检测波长为270nm。理论板数按丹参酮ⅡA峰计算应不低于60000。

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 时间（分钟） | 流动相A（%） | 流动相B（%） |
| 0～6 | 61 | 39 |
| 6～20 | 61→90 | 39→10 |
| 20～20.5 | 90→61 | 10→39 |
| 20.5～25 | 61 | 39 |

对照品溶液的制备 取丹参酮ⅡA对照品适量，精密称定，置棕色量瓶中，加甲醇制成每1ml含20μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品粉末（过三号筛）约0.3g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇50ml,密塞，称定重量，超声处理（功率140W,频率42kHz)30分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μ1,注入液相色谱仪，测定。以丹参酮ⅡA对照品为参照，以其相应的峰为S峰，计算隐丹参酮、丹参酮I的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的土5%范围之内。相对保留时间及校正因子见下表。

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 待测成分（峰） | 相对保留时间 | 校正因子 |
| 隐丹参酮 | 0.75 | 1.18 |
| 丹参酮I | 0.79 | 1.31 |
| 丹参酮ⅡA | 1.00 | 1.00 |

以丹参酮ⅡA的峰面积为对照，分别乘以校正因子，计算隐丹参酮、丹参酮I、丹参酮ⅡA的含量。

本品按干燥品计算，含丹参酮ⅡA（C19H18O3）、隐丹参酮（C19H20O3）和丹参酮I（C18H12O3）的总量不得少于0.25%。

丹酚酸B 照高效液相色谱法（通则0512)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.1%磷酸溶液(22:78)为流动相；柱温为20℃；流速为每分钟1.2ml；检测波长为286nm。理论板数按丹酚酸B峰计算应不低于6000。

对照品溶液的制备 取丹酚酸B对照品适量，精密称定，加甲醇－水(8:2)混合溶液制成每1ml含0.10mg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品粉末（过三号筛）约0.15g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇－水(8:2)混合溶液50ml，密塞，称定重量，超声处理（功率140W，频率42kHz)30分钟，放冷，再称定重量，用甲醇－水(8:2)混合溶液补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液5ml，移至10ml量瓶中，加甲醇－水(8:2)混合溶液稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μ1,注入液相色谱仪，测定，即得。

本品按干燥品计算，含丹酚酸B（C36H30016）不得少于3.0%。

**饮片**

【炮制】丹参 除去杂质和残茎，洗净，润透，切厚片，干燥。

【性状】 本品呈类圆形或椭圆形的厚片。外表皮棕红色或暗棕红色，粗糙，具纵皱纹。切面有裂隙或略平整而致密，有的呈角质样，皮部棕红色，木部灰黄色或紫褐色，有黄白色放射状纹理。气微，味微苦涩。

【检查】 酸不溶性灰分 同药材，不得过2.0%(通则 2302)。

【浸出物】 醇溶性浸出物 同药材，不得少于11.0%。

【鉴别】【检查】（水分 总灰分） 【浸出物】（水溶性浸出物） 同药材。

【含量测定】丹参酮类 同药材，本品按干燥品计算，含丹参酮ⅡA（C19H18O3）、隐丹参酮（C19H20O3）和丹参酮I（C18H12O3）的总量不得少于0.20%。

丹酚酸B 同药材，本品按干燥品计算，含丹酚酸B（C36H30016）不得少于2.0%。

酒丹参 取丹参片，照酒炙法（通则0213)炒干。

【性状】本品形如丹参片，表面红褐色，略具酒香气。

【检查】水分 同药材，不得过10.0%(通则0832 第二法）。

【浸出物】醇溶性浸出物 同药材，不得少于11.0%。

【鉴别】【检查】（总灰分） 【浸出物】（水溶性浸出物）同药材。

【含量测定】丹参酮类 同药材，本品按干燥品计算，含丹参酮ⅡA（C19H18O3）、隐丹参酮（C19H20O3）和丹参酮I（C18H12O3）的总量不得少于0.20%。

**丹酚酸B** 同药材，本品按干燥品计算，含丹酚酸B（C36H30016）不得少于2.0%。

【性味与归经】 苦，微寒。归心、肝经。

【功能与主治】 活血祛淤，通经止痛，清心除烦，凉血消痈。用于胸痹心痛，脘腹胁痛，癥瘕积聚，热痹疼痛，心烦不眠，月经不调，痛经经闭，疮疡肿痛。

【用法与用量】 10～15g。

【注意】 不宜与藜芦同用。

【贮藏】 置干燥处。