

# 丹參



圖 29 丹參外觀圖

## 1. 名稱

藥材正名: Radix Salviae Miltiorrhizae

中文名: 丹參

漢語拼音名: Danshen

## 2. 來源

本品為唇形科植物丹參 *Salvia miltiorrhiza* Bge. 的乾燥根及根莖。春、秋二季採挖，除去莖、鬚根、泥沙，乾燥。

## 3. 性狀

本品根莖粗短，頂端有時殘留莖基，根數條，長圓柱形，略彎曲，有的分枝並具鬚狀細根，長10—20 cm，直徑3—10 mm。表面棕紅色或暗紅色，粗糙，具縱皺紋。老根外皮疏鬆，多顯紫棕色，常呈鱗片狀剝落。質硬而脆，易折斷，斷面疏鬆，可見裂隙或略平整而緻密。皮部棕紅色。木部灰黃色或紫褐色，可見黃白色導管束，呈放射狀排列。氣微，味微苦澀。(圖29)

## 4. 鑒別

### 4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

#### 橫切面

木栓層為4—8層木栓細胞，大多含棕色物，有時可見落皮層。皮層寬廣，薄壁細胞含紅棕色顆粒。韌皮部狹窄，呈彎曲狀。形成層成環。木質部導管木化，主為梯紋及網紋導管，分佈於形成層附近，近中心部分漸少。木纖維成束，散開成放射狀，木質部中心具木髓。(圖30)

#### 粉末

紅棕色。木栓細胞表面觀類長方形或多角形，胞腔內常有黃棕色色素，直徑12—151 μm。皮層的薄壁細胞類方形或多角形，有紅棕色色素

沉著。木纖維多成束，長梭形，孔紋斜裂縫狀或交叉十字狀，直徑 11—60  $\mu\text{m}$ ，偏光顯微鏡下呈亮黃色。導管極多，主為具緣紋孔導管及網紋導管，直徑 3—120  $\mu\text{m}$ 。（圖 31）

## 4.2 理化鑒別

### 試藥

三氯化鐵試液

取三氯化鐵 ( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) 9.0 g，溶解於 100 mL 水中。

### 操作程序

取本品粉末 3.0 g，置 100-mL 圓底燒瓶中，加水 30 mL。加熱回流 15—20 分鐘。放冷，濾過。收集濾液至蒸發皿中，在約 80  $^{\circ}\text{C}$  的水浴上蒸乾。殘渣溶解於 3—5 mL 乙醇中。取供試品溶液 2 mL 置試管中，滴加三氯化鐵試液 2 滴，顯深綠色。

## 4.3 薄層色譜鑒別 [附錄 IV(A)]

### 4.3.1 脂溶性成分薄層色譜鑒別

#### 對照品溶液

隱丹參酮對照品溶液

取隱丹參酮 1.0 mg，溶解於 1 mL 甲醇中。

丹參酮 II<sub>A</sub> 對照品溶液

取丹參酮 II<sub>A</sub> 1.0 mg，溶解於 1 mL 甲醇中。

#### 展開劑

製備石油醚 (60—80  $^{\circ}\text{C}$ ) - 醋酸乙酯 - 環己烷 (5:3:2, v/v) 的混合溶液。

#### 供試品溶液

取本品粉末 1.0 g，置 50-mL 離心管中，加乙醚 10 mL，密塞。放置 1 小時，間中振搖。離心 10 分鐘 (約 1200  $\times g$ )，取上清液移入另一試管中，置低於 50  $^{\circ}\text{C}$  溫水浴中蒸乾，殘渣溶於 0.5 mL 甲醇中，即得。

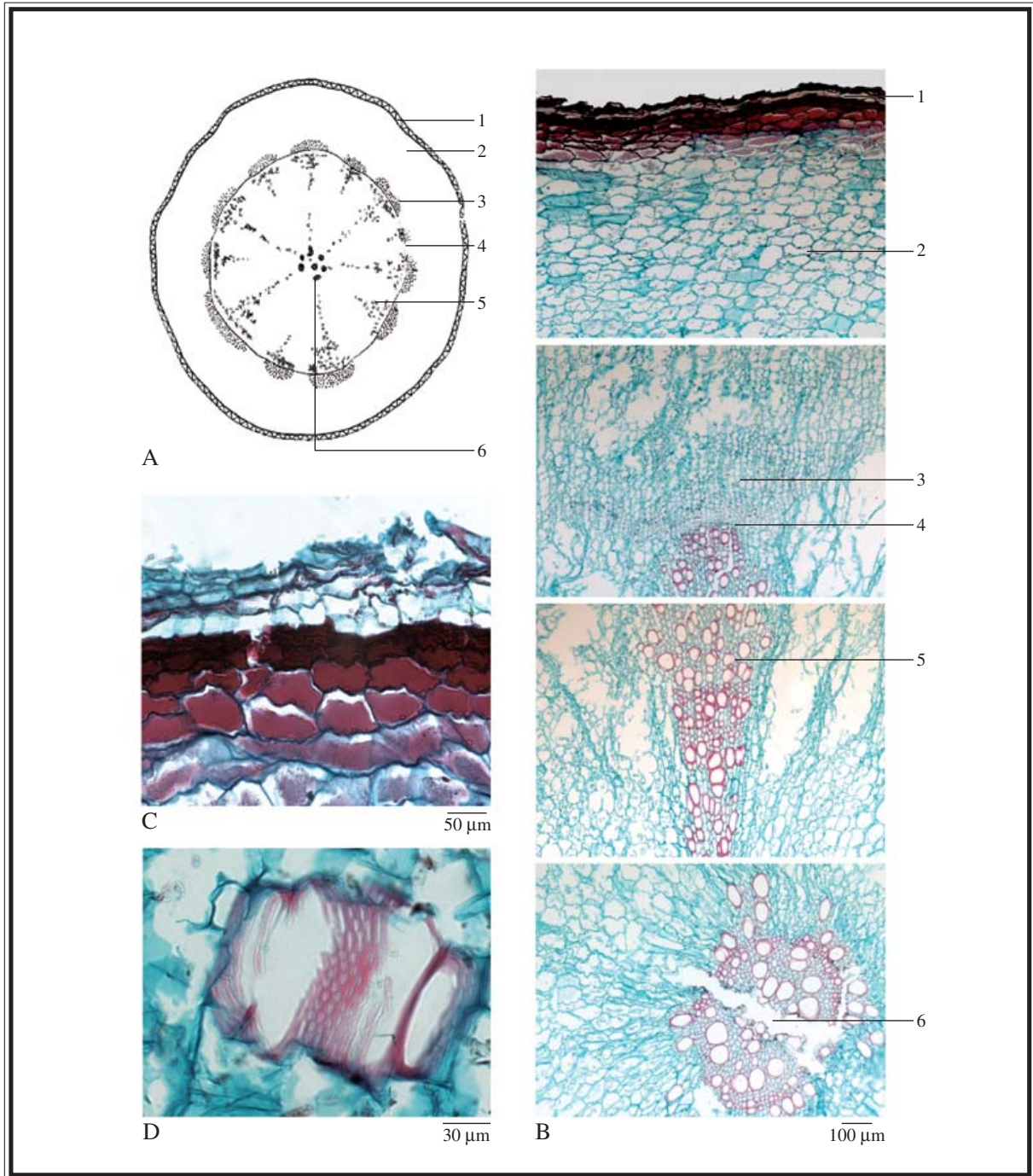


圖 30 丹參橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 木栓層 D. 網紋導管

1. 木栓層 2. 皮層 3. 韌皮部 4. 形成層 5. 木質部 6. 髓部

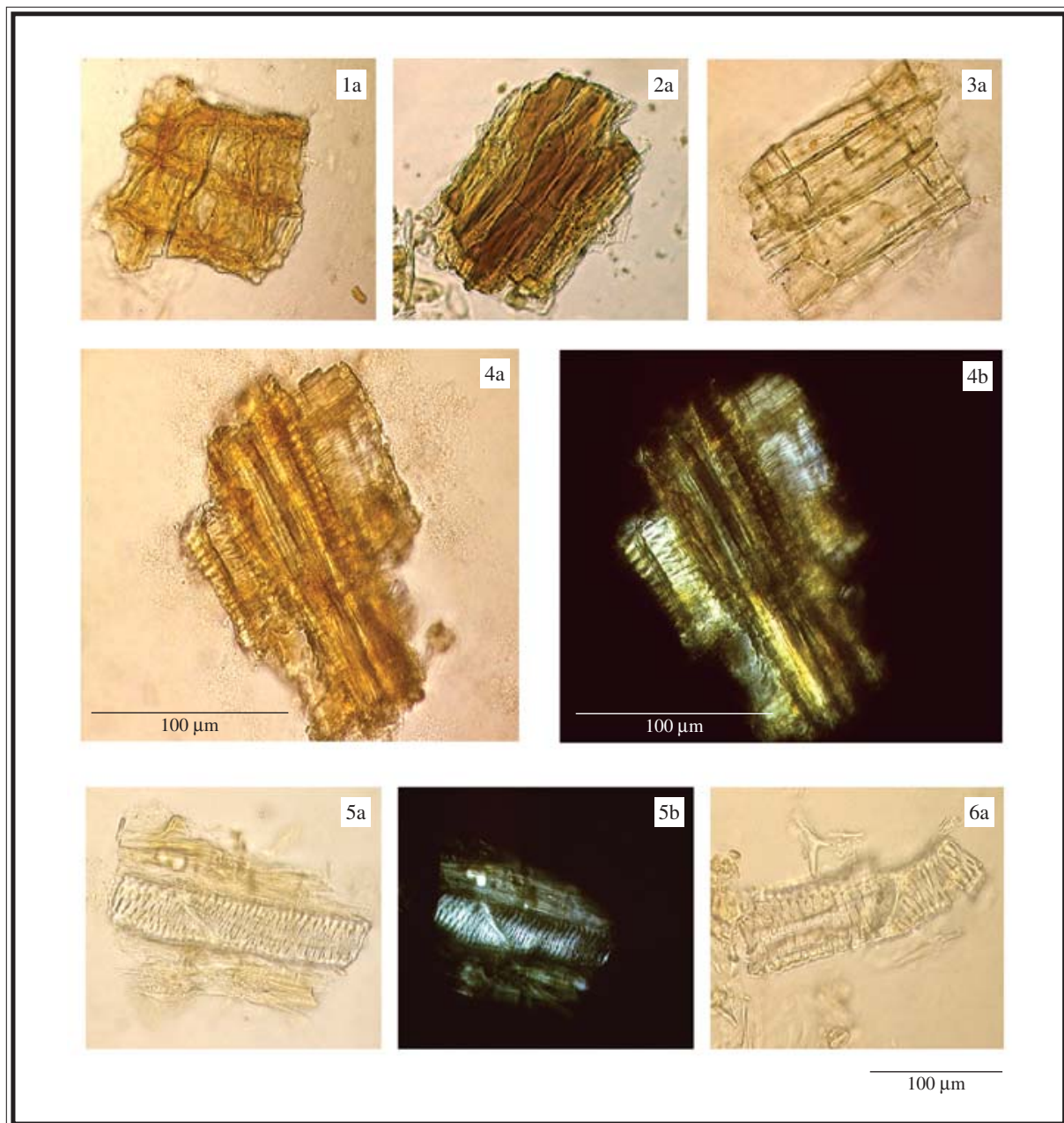


圖 31 丹參粉末顯微特徵圖

1. 木栓細胞(表面)
2. 木栓細胞(側面)
3. 皮層中的薄壁細胞
4. 一束木纖維
5. 網紋導管
6. 具緣孔導管

a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

### 操作程序

照薄層色譜法 [附錄IV(A)] 進行。分別吸取隱丹參酮、丹參酮II<sub>A</sub> 對照品溶液和供試品溶液各4  $\mu$ L，點於同一高效硅膠F<sub>254</sub> 薄層板上。用上述新製備的展開劑展開約4 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。均勻噴上顯色劑。置紫外光 (254 nm) 下檢視，並計算 R<sub>f</sub> 值。

供試品色譜應顯出與隱丹參酮和丹參酮II<sub>A</sub> 色澤相同、R<sub>f</sub> 值相應的特徵斑點或條帶。

### 4.3.2 水溶性成分薄層色譜鑒別

#### 對照品溶液

##### 迷迭香酸對照品溶液

取迷迭香酸 2.0 mg，溶解於1 mL 甲醇中。

##### 丹酚酸 B 對照品溶液

取丹酚酸 B 4.0 mg，溶解於1 mL 甲醇中。

#### 展開劑

製備氯仿 - 醋酸乙酯 - 甲苯 - 甲酸 - 甲醇 (15:20:10:10:1, v/v) 的混合溶液。

#### 顯色劑

取三氯化鐵 (FeCl<sub>3</sub> · 6H<sub>2</sub>O) 3.3 g，溶解於100 mL 乙醇 (96%) 中。

#### 供試品溶液

取本品粉末1.0 g，置200-mL 燒杯中，加水50 mL，用表面皿覆蓋燒杯，加熱至沸後保持微沸30分鐘。放冷至室溫，移入50-mL 離心管中，離心10分鐘 (約1200 x g)。取上清液加2 M 鹽酸調pH 值至約2，濾過。用醋酸乙酯提取3次，每次10 mL。合併提取液，用旋轉蒸發器減壓蒸乾。殘渣溶於2 mL 醋酸乙酯中，即得。

### 操作程序

照薄層色譜法 [附錄IV(A)] 進行。分別吸取迷迭香酸、丹酚酸 B 對照品溶液和供試品溶液各2  $\mu$ L，點於同一高效硅膠F<sub>254</sub> 薄層板上。用上述新製備的展開劑展開約8 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。均勻噴上顯色劑，在約110 °C 加熱10分鐘，置可見光下檢視，並計算 R<sub>f</sub> 值。

供試品色譜應顯出與迷迭香酸和丹酚酸 B 色澤相同、 $R_f$  值相應的特徵斑點或條帶。

#### 4.4 高效液相色譜指紋圖譜法 (附錄 XII)

##### 對照品溶液

迷迭香酸對照品儲備液 *Std-Stock* (1000 mg/L)

取迷迭香酸 5.0 mg，溶解於 5 mL 甲醇中。置於約 -10 °C 處，避光儲存。

迷迭香酸對照品溶液 *Std-FP* (100 mg/L)

取迷迭香酸對照品儲備液 0.5 mL，置 5-mL 量瓶中，加甲醇至刻度。

##### 供試品溶液

取本品粉末 0.2 g，置 50-mL 離心管中，加甲醇 10 mL，超聲處理 30 分鐘。離心 5 分鐘 (約 1200 x g)。取上清液移入 25-mL 量瓶中。用水 10 mL 在 50-mL 燒杯中洗滌殘渣，稱定重量。用表面皿覆蓋燒杯，加熱至約 90 °C，浸提 30 分鐘，放冷，再稱重，必要時用水補足減失的重量。濾過提取液，至同一量瓶中，加甲醇至刻度，於 4 °C 左右放置過夜，用 0.2- $\mu$ m 微孔濾膜 (PTFE) 濾過後靜置至室溫，即得。

##### 色譜系統

液相色譜：檢測波長 280 nm；4.6 x 250 mm 十八烷基鍵合硅膠 (5  $\mu$ m) 填充柱；流速約 1.0 mL/min。色譜洗脫程序如下：

時間 (分鐘)	水 - 乙腈 - 甲酸 (90:10:0.4, v/v)(%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 - 40	100 → 70	0 → 30	綫性梯度
40 - 50	70 → 20	30 → 80	綫性梯度
50 - 70	20 → 15	80 → 85	綫性梯度

##### 系統適用性要求

吸取迷迭香酸對照品溶液 *Std-FP* 20  $\mu$ L，注入液相色譜儀，至少重複 5 次。系統適用性參數的要求如下：迷迭香酸的峰面積相對標準偏差應不大於 3.0%；迷迭香酸峰保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按迷迭香酸峰計算應不低於 50,000。

供試品測試中迷迭香酸峰與鄰近 3 號峰 (圖 32) 之間的分離度應不低於 1.5。

### 操作程序

分別吸取迷迭香酸對照品溶液 *Std-FP* 和供試品溶液各 20  $\mu$ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。測定對照品溶液 *Std-FP* 色譜圖中迷迭香酸峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 7 個特徵峰 (圖 32) 的保留時間。在相同液相色譜條件下，與相對照品溶液 *Std-FP* 色譜圖中迷迭香酸峰的保留時間比較，鑒定供試品色譜圖中迷迭香酸峰。二色譜圖中迷迭香酸峰保留時間相差應不大於 2.0%。按附錄 XII 公式計算特徵峰的相對保留時間。

丹參提取液的 7 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 10。

表 10 丹參提取液 7 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍

峰號	相對保留時間	可變範圍
1 (丹參素)	0.23	$\pm 0.03$
2 (指標成份峰，迷迭香酸)	1.00	-
3	1.03	$\pm 0.03$
4 (丹酚酸 B)	1.10	$\pm 0.03$
5	1.15	$\pm 0.03$
6 (隱丹參酮)	1.88	$\pm 0.03$
7 (丹參酮 II <sub>A</sub> )	2.02	$\pm 0.04$

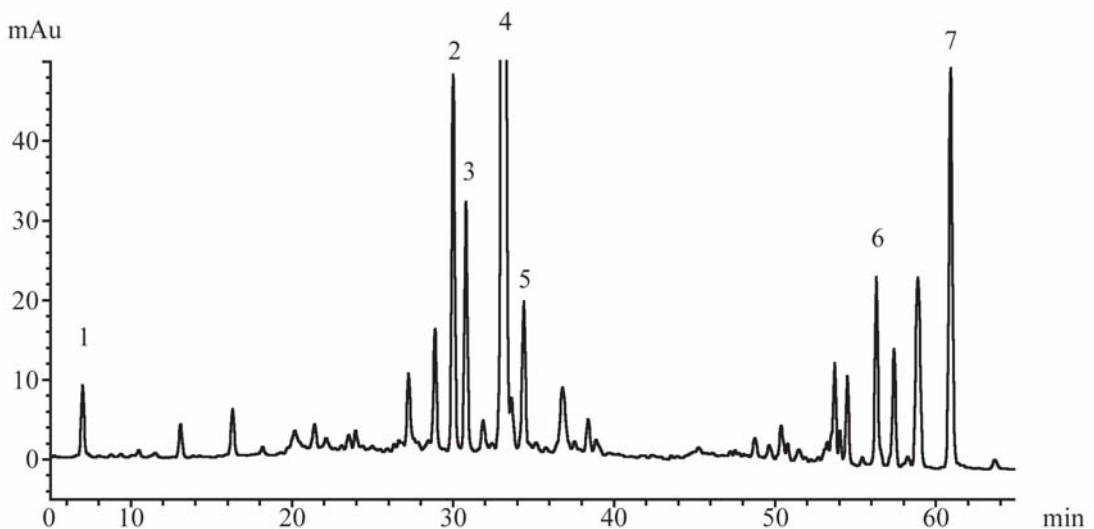


圖 32 丹參提取液對照指紋圖譜



供試品色譜圖中應有與對照指紋圖譜 (圖32) 相對保留時間範圍內一致的 7 個特徵峰。

## 5. 檢查

- 5.1 重金屬 (附錄 V) : 應符合有關規定。
- 5.2 農藥殘留 (附錄 VI) : 應符合有關規定。
- 5.3 霉菌毒素 (附錄 VII) : 應符合有關規定。
- 5.4 二氧化硫殘留 (附錄 XIV) : 應符合有關規定。
- 5.5 雜質 (附錄 VIII) : 不多於 2.0% 。
- 5.6 灰分 (附錄 IX)
  - 總灰分: 不多於 8.0% 。
  - 酸不溶性灰分: 不多於 2.0% 。
- 5.7 水分 (附錄 X) : 不多於 12.0% 。

## 6. 浸出物 (附錄 XI)

- 水溶性浸出物 (冷浸法) : 不少於 57.0% 。
- 醇溶性浸出物 (冷浸法) : 不少於 52.0% 。

## 7. 含量測定

照附錄 IV(B) 進行。

### 7.1 丹參酮 II<sub>A</sub> 含量測定

#### 對照品溶液

丹參酮 II<sub>A</sub> 對照品儲備液 Std-Stock (100 mg/L)

精密稱取丹參酮 II<sub>A</sub> 5.0 mg , 溶解於 50 mL 甲醇中, 置於約 -10 °C 處, 避光儲存。

### 丹參酮 II<sub>A</sub> 對照品溶液 Std-AS

精密吸取丹參酮 II<sub>A</sub> 儲備溶液 Std-Stock 適量，以甲醇稀釋製成含丹參酮 II<sub>A</sub> 分別為 5、10、20、50、100 mg/L 系列對照品溶液。

### 供試品溶液

精密稱取本品粉末 0.5 g，置 10-mL 離心管中，加甲醇 - 二氯甲烷 (8:2, v/v) 混合溶液 5 mL，混合。超聲處理 30 分鐘。離心 5 分鐘 (約 540 x g)。取上清液移入 25-mL 量瓶中，反復提取 4 次。合併提取液，加上述混合溶液至刻度，混勻，用 0.2- $\mu$ m 微孔濾膜 (PTFE) 濾過，即得。

### 色譜系統

液相色譜：檢測波長 270 nm；4.6 x 250 mm 十八烷基鍵合硅膠 (5  $\mu$ m) 填充柱；流速約 1.0 mL/min；流動相為甲醇 - 水 (75:25, v/v) 的混合溶液。

### 系統適用性要求

將丹參酮 II<sub>A</sub> 對照品溶液 Std-AS (20 mg/L) 20  $\mu$ L，注入液相色譜儀，至少重複 5 次。系統適用性參數的要求如下：丹參酮 II<sub>A</sub> 峰面積相對標準偏差應不大於 3.0%；丹參酮 II<sub>A</sub> 峰保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按丹參酮 II<sub>A</sub> 峰計算應不低於 2,000。

供試品測試中丹參酮 II<sub>A</sub> 峰與臨近峰之間的分離度應不低於 1.5。

### 標準曲綫

將丹參酮 II<sub>A</sub> 系列對照品溶液 Std-AS 每次 20  $\mu$ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以丹參酮 II<sub>A</sub> 對照品溶液濃度與相應峰面積作圖，從相應 5 點的標準曲綫得斜率、截距與相關系數。

### 操作程序

將供試品溶液 20  $\mu$ L，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與丹參酮 II<sub>A</sub> 對照品溶液 Std-AS 色譜圖中丹參酮 II<sub>A</sub> 峰保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中丹參酮 II<sub>A</sub> 峰。二色譜圖中丹參酮 II<sub>A</sub> 相應峰保留時間相差應不大於 5.0%。測定峰面積，按附錄 IV(B) 公式計算供試品溶液中丹參酮 II<sub>A</sub> 的濃度 (mg/L)，並計算樣品中丹參酮 II<sub>A</sub> 的百分含量。

### 限度

按乾燥品計算，本品含丹參酮 II<sub>A</sub> (C<sub>19</sub>H<sub>18</sub>O<sub>3</sub>) 不應少於 0.12%。

## 7.2 迷迭香酸和丹酚酸 B 含量測定

### 對照品溶液

迷迭香酸對照品儲備液 *Std-Stock* (2000 mg/L)

精密稱取迷迭香酸 10.0 mg，溶解於 5 mL 甲醇中，置於約 -10 °C 處，避光儲存。

丹酚酸 B 對照品儲備液 *Std-Stock* (2000 mg/L)

精密稱取丹酚酸 B 10.0 mg，溶解於 5 mL 甲醇中，置於約 -10 °C 處，避光儲存。

迷迭香酸和丹酚酸 B 混合中間對照品溶液 *Std-Int* (迷迭香酸 20 mg/L，丹酚酸 B 400 mg/L)

精密吸取迷迭香酸對照品儲備液 0.1 mL 和丹酚酸 B 對照品儲備液 2 mL，置 10-mL 量瓶中，充入氮氣揮乾溶劑，加 50% 甲醇至刻度。

迷迭香酸和丹酚酸 B 混合對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取迷迭香酸和丹酚酸 B 混合中間對照品溶液 *Std-Int* 適量，以 50% 甲醇稀釋製成含迷迭香酸分別為 1、2、5、10、20 mg/L 和丹酚酸 B 分別為 20、40、100、200、400 mg/L 系列的混合對照品溶液。

### 供試品溶液

精密稱取本品粉末 0.1 g，置 10-mL 離心管中，加 60% 甲醇 5 mL，混合。超聲處理 30 分鐘。離心 5 分鐘 (約 540 x g)。取上清液移入 25-mL 量瓶中，反復提取 3 次。合併提取液，加上述混合溶液至刻度。用 0.2- $\mu$ m 微孔濾膜 (PTFE) 濾過，即得。

### 色譜系統

液相色譜：檢測波長 330 nm；4.6 x 250 mm 十八烷基鍵合硅膠 (5  $\mu$ m) 填充柱；流速約 1.0 mL/min；流動相為甲酸 (0.4%, v/v) - 乙腈 (78:22, v/v) 的混合溶液。

### 系統適用性要求

將迷迭香酸對照品溶液 *Std-AS* (5 mg/L) 20  $\mu$ L，注入液相色譜儀，至少重複 5 次。系統適用性參數的要求如下：迷迭香酸峰面積相對標準偏差應不大於 3.0%；迷迭香酸峰保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按迷迭香酸峰計算應不低於 5,000。

供試品測試中迷迭香酸峰與臨近峰之間的分離度應不低於 1.5。

### 標準曲綫

將迷迭香酸和丹酚酸 B 系列混合對照品溶液 *Std-AS* 每次 20  $\mu\text{L}$ ，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以迷迭香酸和丹酚酸 B 系列混合對照品溶液各成分濃度與相應峰面積作圖，從相應 5 點的標準曲綫得斜率、截距與相關系數。

### 操作程序

將供試品溶液 20  $\mu\text{L}$ ，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與迷迭香酸和丹酚酸 B 混合對照品溶液 *Std-AS* 色譜圖中各成份保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中迷迭香酸與丹酚酸 B 峰。二色譜圖中迷迭香酸與丹酚酸 B 相應峰保留時間相差均應不大於 5.0%。測定峰面積，按附錄 IV(B) 公式計算供試品溶液中迷迭香酸與丹酚酸 B 的濃度 (mg/L)，並計算樣品中迷迭香酸與丹酚酸 B 的百分含量。

### 限度

按乾燥品計算，本品含迷迭香酸 ( $\text{C}_{18}\text{H}_{16}\text{O}_8$ ) 不少於 0.17%；丹酚酸 B ( $\text{C}_{36}\text{H}_{30}\text{O}_{16}$ ) 不少於 4.4%。