

本实验采用 HPLC 法测定颈眩口服液中天麻素与芍药苷的含量,其样品制备方法简单,分离效果理想,分析快速准确,专属性强,精密度高,重现性较好,可为颈眩口服液质量标准的制定提供参考。

参考文献:

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典(一部)[S]. 北京: 中国医药科技出版社, 2010: 54, 147.
- [2] 谢笑天, 郑萍, 杨明惠, 等. HPLC 法对天麻素及其制剂中天麻素的定量分析[J]. 中草药, 2001, 32(6): 513-515.
- [3] 蒲恒然, 陈娟. 高效液相色谱法测定天麻素片中天麻素的含量[J]. 海峡药学, 2008, 20(12): 57-58.
- [4] 蓝鸣生, 陈路, 覃成芳, 等. 五淋散胶囊中栀子苷和芍药苷的 HPLC 含量测定[J]. 中国新药杂志, 2010, 19(14): 1281-1283.
- [5] 董宇, 狄留庆, 赵晓莉, 等. HPLC 法测定血压平喷雾剂中天麻素、阿魏酸、芍药苷、肉桂酸[J]. 中草药, 2012, 43(2): 296-298.
- [6] 王巧梅, 薛桂蓬, 邢建国, 等. 芪天胶囊中红景天苷和芍药苷的含量测定[J]. 中国实验方剂学杂志, 2013, 19(1): 88-91.
- [7] 王新娣, 石晓峰, 沈薇, 等. 双波长 HPLC 法同时测定安乳散结丸中芍药苷与迷迭香酸的含量[J]. 中国药房, 2013, 24 (19): 1795-1797.
- [8] 刘亚蓉, 宋霞, 刘海青. 双波长 RP-HPLC 法同时测定妇科十味片中芍药苷、阿魏酸[J]. 中成药, 2013, 35(6): 1222-1224.
- [9] 冯川, 刘唯芬, 慕善学, 等. RP-HPLC 法测定清胰利胆颗粒中天麻素和芍药苷的含量[J]. 沈阳药科大学学报, 2012, 29(3): 219-222.
- [10] 靳淑敏, 杨维, 王伟华, 等. 多波长 RP-HPLC 法测定抗感宁合剂中天麻素、葛根素和芍药苷[J]. 中成药, 2009, 31(1): 75-78.

(编辑: 邓响潮)

HPLC 法同时测定人参-牡丹皮成分组中 6 种有效成分的含量

张留记^{1,2}, 杨明杰¹, 屠万倩² (1. 河南中医学院, 河南 郑州 450008; 2. 河南省中医药研究院, 河南 郑州 450004)

摘要: **目的** 建立 HPLC 法同时测定人参-牡丹皮功效成分组中有效成分人参皂苷 Rg₁、Re、Rb₁、Rd、芍药苷和丹皮酚含量的方法。**方法** 采用 SHIMADZU C₁₈ 柱(150 mm×4.6 mm, 5 μm); 流动相为乙腈-水, 梯度洗脱, 体积流量为 1 mL·min⁻¹; 检测波长: 人参皂苷 Rg₁、Re、Rb₁、Rd 为 203 nm, 芍药苷为 230 nm, 丹皮酚为 274 nm; 柱温: 35 ℃; 进样量: 10 μL。**结果** 人参皂苷 Rg₁、Re、Rb₁、Rd、芍药苷、丹皮酚分别在 1.90~11.40 μg($r=0.9990$), 0.995~5.97 μg($r=0.9994$), 1.575~9.45 μg($r=0.9998$), 1.62~9.72 μg($r=0.9999$), 1.57~9.42 μg($r=0.9990$), 4.56~27.36 μg($r=0.9999$)范围内具有良好的线性关系。平均加样回收率: 人参皂苷 Rg₁ 为 101.10%, RSD=1.80%($n=6$); 人参皂苷 Re 为 98.49%, RSD=2.72%($n=6$); 人参皂苷 Rb₁ 为 100.14%, RSD=1.94%($n=6$); 人参皂苷 Rd 为 99.23%, RSD=2.50%($n=6$); 芍药苷为 100.45%, RSD=2.40%($n=6$); 丹皮酚为 100.20%, RSD=0.64%($n=6$)。**结论** 所建立的方法简便、快速、准确, 具有良好的重复性和稳定性, 可用于人参-牡丹皮功效成分组的质量控制。

关键词: 人参; 牡丹皮; 功效成分组; HPLC; 含量测定

中图分类号: R284.1 文献标志码: A 文章编号: 1003-9783(2014)06-0746-05

doi: 10.3969/j.issn.1003-9783.2014.06.025

Simultaneous Determination of six active ingredients in the Compounds Group of Radix Ginseng and Cortex Moutan by HPLC

ZHANG Liuji^{1,2}, YANG Mingjie¹, TU Wanqian² (1. Henan College of Traditional Chinese Medicine, Zhengzhou 450008 Henan, China; 2. Henan Academy of Traditional Chinese Medicine, Zhengzhou 450004 Henan, China)

收稿日期: 2014-06-10

作者简介: 张留记, 男, 博士, 研究员。研究方向: 中药质量控制和创新药物研究。Email: zlj6666671@163.com。

基金项目: 河南省科技创新人才计划项目(144200510028)。

Abstract: Objective To establish a HPLC method for the simultaneous determination of 6 kinds effective ingredients, of ginsenosides Rg_1 , Re , Rb_1 , Rd , paeoniflorin and paeonol, in the extracts of Ginseng and Cortex Moutan compounds group. in the effective compounds group of Radix Ginseng and Cortex Moutan. **Methods** The detection was carried out on SHIMADZU C_{18} column (150 mm $\times$ 4.6 mm, 5 μ m) with the mobile phase consisting of acetonitrile-water in gradient elution mode at 35 $^{\circ}$ C and at the flow rate of 1 mL $\cdot$ min $^{-1}$. The UV detection wavelength was set at the maximum absorption wavelength, 203 nm for ginsenosides Rg_1 , Re , Rb_1 and Rd , 230 nm for paeoniflorin, and 274 nm for paeonol. The injection volume was 10 μ L. **Results** The linear ranges of ginsenosides Rg_1 , Re , Rb_1 , Rd , paeoniflorin and paeonol were 1.90 ~ 11.40 μ g ($r=0.9990$), 0.995 ~ 5.97 μ g ($r=0.9994$), 1.575 ~ 9.45 μ g ($r=0.9998$), 1.62 ~ 9.72 μ g ($r=0.9999$), 1.57 ~ 9.42 μ g ($r=0.9990$), 4.56 ~ 27.36 μ g ($r=0.9999$), respectively. The average recovery was 101.10 % for ginsenoside Rg_1 (RSD=1.80 %, $n=6$), 98.49 % for ginsenoside Re (RSD=2.72 %, $n=6$), 100.14 % for ginsenoside Rb_1 (RSD=1.94 %, $n=6$), 99.23 % for ginsenoside Rd (RSD=2.50 %, $n=6$), 100.45 % for paeoniflorin (RSD=2.40 %, $n=6$) and 100.20 % for paeonol (RSD=0.64 %, $n=6$). **Conclusion** The established method is simple, rapid and accurate with good repeatability and stability, and is suitable for the quality control of effective compounds group of Radix Ginseng and Cortex Moutan.

Keywords: Radix Ginseng; Cortex Moutan; Effective compounds group; HPLC; Content determination

人参为五加科植物人参 *Panax ginseng* C.A.Mey. 的干燥根和根茎, 具有大补元气、复脉固脱、补脾益肺、生津养血、安神益智^[1]的功效, 人参中富含多种不同极性的皂苷类成分, 人参总皂苷是人参抗脑缺血损伤的主要有效部位, 其中人参皂苷 Rb_1 和 Rg_1 能减少短暂性脑缺血神经元死亡、促进脊髓神经元存活和生长; 人参皂苷 Re 能够起到保护再灌注损伤的作用^[2-3]; 人参皂苷 Rd 注射液对急性缺血性脑卒中有良好的临床疗效^[4-5]。牡丹皮为毛茛科植物牡丹 *Paeonia suffruticosa* Andr. 的干燥根皮, 具有清热凉血、活血化瘀^[6]的功效。丹皮酚和芍药苷是牡丹皮中的主要有效成分。丹皮酚具有抗炎、抗心肌细胞及脑细胞缺血缺氧损伤及缺血再灌注损伤等作用^[6-7]; 芍药苷具有抗血栓、抗心肌或脑组织损伤、保护神经元等作用^[8-9]。根据“益气活血法”治疗中风的中医学理论, 分别提取人参和牡丹皮中具有抗脑缺血活性的人参总皂苷、丹皮酚和牡丹皮总苷, 混合制成人参-牡丹皮功效成分组。前期实验研究表明^[10], 人参-牡丹皮功效成分组具有抗脑水肿、缩小梗死面积、抗血栓和改善血流变等抗脑缺血活性, 其作用强度优于人参总皂苷、丹皮酚和牡丹皮总苷单独使用。本研究采用高效液相色谱法, 分别以人参皂苷 Rg_1 、 Re 、 Rb_1 、 Rd 、芍药苷和丹皮酚为指标, 同时测定提取的人参-牡丹皮功效成分组中人参皂苷 Rg_1 、 Re 、 Rb_1 、 Rd 、芍药苷和丹皮酚的含量, 为全面评价功效成分组的内在质量提供科学依据。

1 材料

1.1 仪器及试剂 Waters 高效液相色谱仪, 配有 2695 分离单元、2996 二极管阵列检测器和 Empower II 色谱工作站软件, 美国 Waters 公司; LIBROR-160DPT 万分之一分析天平, 日本岛津公司; AE240 十万分之一分析天平, 瑞士 METTLER 公司; GT-350W 超声波提取器, 济宁科技超声电子有限公司; 人参皂苷 Rg_1 、 Re 、 Rb_1 、 Rd 、芍药苷和丹皮酚, 均购自中国药品生物制品检定所, 批号分别为 0703-200016, 110754-200421, 110704-200421, 111818-201001, 110736-201035, 0708-9704; 甲醇、乙腈为色谱纯, 德国 Merck 公司; 水为超纯水, 其余试剂均为分析纯。人参药材经河南省中医药研究院中药室李更生研究员鉴定为五加科植物人参 *Panax ginseng* C.A.Mey. 的干燥根和根茎, 牡丹皮药材为毛茛科植物牡丹 *Paeonia suffruticosa* Andr. 的干燥根皮。

1.2 人参-牡丹皮功效成分组制备 取人参药材, 加 70 % 乙醇提取 2 次, 每次 1 h, 合并滤液, 回收乙醇, 过大孔吸附树脂, 用 5 % ~ 70 % 乙醇洗脱, 收集 60 % 乙醇洗脱液, 浓缩, 干燥, 即得人参总皂苷提取物; 取牡丹皮药材, 加水采用水蒸气蒸馏法提取丹皮酚, 药液滤过, 药渣用 75 % 乙醇提取 2 次, 提取液回收乙醇后与蒸馏母液合并, 过大孔吸附树脂, 用 5 % ~ 60 % 乙醇洗脱, 收集 40 % 乙醇洗脱液, 浓缩, 干燥, 即得牡丹皮总苷提取物。得到的人参总皂苷、丹皮酚、牡丹皮总苷提取物, 按人参、牡丹皮生药量

1 : 2 的比例混合, 即得人参 - 牡丹皮功效成分组。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱: SHIMADZU C₁₈ 柱(150 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相: 乙腈 - 水溶液系统, 梯度洗脱, 梯度洗脱程序见表 1; 流速: 1 mL·min⁻¹; 进样体积: 10 μL; 柱温: 35 ℃; 检测波长: 人参皂苷 R_g₁、Re、R_b₁、R_d 为 203 nm, 芍药苷为 230 nm, 丹皮酚为 274 nm。

表 1 液相色谱梯度洗脱条件

时间 /min	水 /%	乙腈 /%
0 ~ 10	86	14
10 ~ 11	86→81	14→19
11 ~ 35	81	19
35 ~ 50	81→71	19→29
50 ~ 60	71	29
60 ~ 90	71→60	29→40
90 ~ 95	60→30	40→70
95 ~ 110	30	70
110 ~ 111	30→86	70→14

2.2 对照品溶液制备 精密称取人参皂苷 R_g₁、Re、

R_b₁、R_d、芍药苷和丹皮酚对照品, 加甲醇制成每 1 mL 分别含人参皂苷 R_g₁ 0.38 mg、人参皂苷 Re 0.199 mg、人参皂苷 R_b₁ 0.315 mg、人参皂苷 R_d 0.324 mg、芍药苷 0.314 mg、丹皮酚 0.912 mg 的混合溶液。

2.3 供试品溶液制备 取人参 - 牡丹皮功效成分组约 90 mg, 精密称定, 加甲醇溶解并定容至 10 mL 容量瓶, 摇匀, 用 0.45 μm 微孔滤膜过滤, 取续滤液, 即得。

2.4 阴性样品溶液制备 按人参 - 牡丹皮功效成分组的配比, 分别制备缺人参阴性样品和缺牡丹皮阴性样品, 按 2.3 项下方法操作, 分别制备缺人参和缺牡丹皮阴性样品溶液。

2.5 专属性试验 分别吸取混合对照品溶液、供试品溶液及阴性样品溶液各 10 μL, 按 2.1 项下色谱条件进行检测, 色谱图见图 1。供试品色谱中, 可清晰检出人参皂苷 R_g₁、Re、R_b₁、R_d、芍药苷和丹皮酚色谱峰, 各色谱峰与相邻成分可达基线分离; 缺人参阴性样品色谱中, 在与人参皂苷 R_g₁、Re、R_b₁、R_d 相对应的保留时间无干扰; 缺牡丹皮阴性样品色谱中, 则在与芍药苷和丹皮酚相对应的保留时间无干扰。

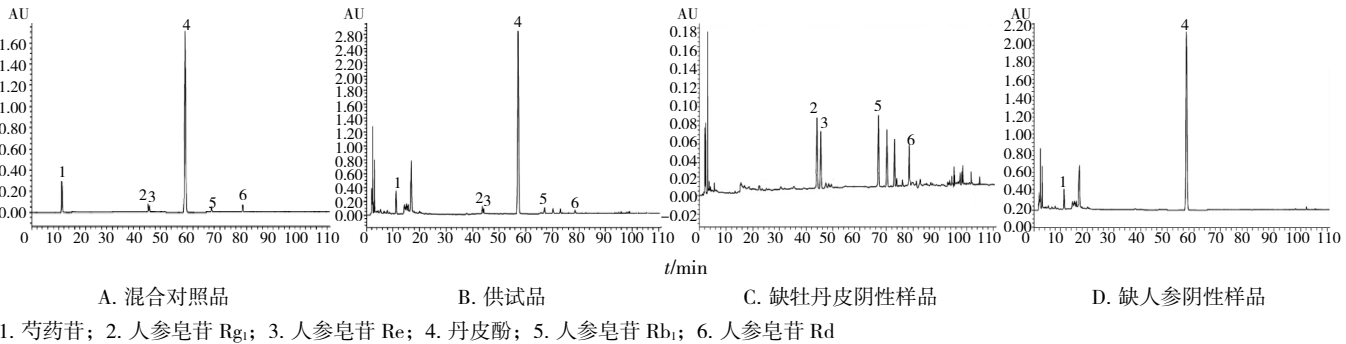


图 1 混合对照品(A)、人参-牡丹皮功效成分组(B)和阴性样品(C、D)的 HPLC 色谱图

Figure 1 HPLC chromatograms of mixed reference substances(A), sample(B), negative sample without Cortex Moutan extraction(C), negative sample without Ginseng extraction(D)

2.6 线性关系考察 精密吸取 2.2 项下的对照品溶液 5, 10, 15, 20, 30 μL, 分别注入液相色谱仪, 测定人参皂苷 R_g₁、Re、R_b₁、R_d、芍药苷和丹皮酚吸收峰的峰面积积分值, 以进样量(X, μg)为横坐标, 峰面积(Y)为纵坐标, 得回归方程, 各成分在相应线性范围内呈良好的线性关系, 见表 2。

2.7 稳定性与精密度试验 精密吸取同一供试品溶液 10 μL, 分别于 0, 2, 4, 6, 8, 10 h 进样测定, 结果人参皂苷 R_g₁、Re、R_b₁、R_d、芍药苷和丹皮酚的峰面积 RSD 值分别为 2.96 %、2.67 %、0.85 %、

2.42 %、2.01 %、0.94 %。表明供试品溶液在 10 h 内稳定性较好且本方法精密度较好。

表 2 回归方程及线性范围

成分	回归方程	线性范围 /μg
人参皂苷 R _g ₁	$Y=2.29 \times 10^5 X-4.25 \times 10^4 (r=0.9990)$	1.90 ~ 11.40
人参皂苷 Re	$Y=2.87 \times 10^5 X-3.54 \times 10^4 (r=0.9994)$	0.995 ~ 5.97
人参皂苷 R _b ₁	$Y=2.41 \times 10^5 X+3.67 \times 10^4 (r=0.9998)$	1.575 ~ 9.45
人参皂苷 R _d	$Y=2.79 \times 10^5 X+2.38 \times 10^4 (r=0.9999)$	1.62 ~ 9.72
芍药苷	$Y=1.43 \times 10^6 X+5.31 \times 10^5 (r=0.9990)$	1.57 ~ 9.42
丹皮酚	$Y=4.14 \times 10^6 X+1.38 \times 10^6 (r=0.9999)$	4.56 ~ 27.36

2.8 重复性试验 取同一批样品(批号: 20140110) 6 份, 精密称定, 按 2.3 项下方法平行制备供试品溶液, 计算人参皂苷 R_g₁、R_e、R_b₁、R_d、芍药苷和丹皮酚的平均含量分别为 53.92, 31.93, 74.08, 27.40, 30.01, 156.01 mg·g⁻¹, RSD 分别为 0.92 %、1.16 %、0.33 %、0.82 %、3.48 %、2.79 %。表明该方法重复性较好。

2.9 加样回收率试验 取已知含量的同一批样品(批号: 20140110)6 份, 每份约 50 mg, 精密称定, 置 10 mL 容量瓶中, 分别精密加入人参皂苷 R_g₁、R_e、R_b₁、R_d、芍药苷和丹皮酚对照品约 2.8, 1.7, 3.9, 1.4, 1.5, 8.2 mg, 按 2.3 项下平行制备加样供试品溶液。吸取 10 μL, 注入液相色谱仪, 测定 R_g₁、R_e、R_b₁、R_d、芍药苷和丹皮酚的含量, 计算加样回收率, 见表 3。

2.10 样品含量测定 按 2.3 项下方法制备供试品溶液, 对自制的 3 批人参-牡丹皮功效成分组样品进行测定, 见表 4。

3 讨论

本研究参考了《中华人民共和国药典》中人参和牡丹皮药材含量测定项下的流动相, 经反复试验, 确定了流动相的梯度洗脱时间程序, 所得多种待测成分峰形基本对称, 与相邻峰可达较好的分离度, 在待测成分出峰结束后, 提高流动相中乙腈的比例, 去除样品杂质对连续进样可能带来的干扰, 还可起到保护色谱柱的作用。

研究发现, 与人参药材的含量测定结果相比较, 人参皂苷 R_d 在提取物中的含量远远超过人参原药材中的含量, 据文献^[1]报道, 在加热提取过程中人参皂苷 R_b₁ 等可降解生成同样具有较好抗脑缺血活性的人参皂苷 R_d, 因此, 在本实验中, 除按药典中人参药材含测项下要求, 测定了功效成分组中人参皂苷 R_g₁、R_e 和 R_b₁ 的含量, 还增加了人参皂苷 R_d 的测定。

本研究利用 Waters Empower II 色谱工作站的定时波长功能, 建立了 0~15 min, 230 nm 作为芍药苷的检测波长; 15~50 min, 203 nm 作为人参皂苷 R_g₁、R_e 的检测波长; 50~65 min, 274nm 作为丹皮酚的检测波长; 65~111 min, 203 nm 作为人参皂苷 R_b₁、R_d 的检测波长, 在同一色谱条件下完成人参-牡丹皮功效成分组中不同组分的检测, 方便快捷。

研究表明, 用高效液相色谱法同时测定了人参-牡丹皮功效成分组中人参皂苷 R_g₁、R_e、R_b₁、R_d、芍药苷和丹皮酚 6 种主要有效成分的含量, 所建立的

表 3 加样回收率试验结果(n=6)

Table 3 Results of recovery tests							
成分	取样量/g	样品含量/mg	加入量/mg	测得量/mg	回收率/%	平均回收率/%	RSD/%
人参皂苷 R _g ₁	0.0526	2.84	2.63	5.49	100.76	101.10	1.80
	0.0543	2.93	3.08	6.10	102.92		
	0.0528	2.85	2.59	5.51	102.70		
	0.0519	2.80	3.02	5.78	98.68		
	0.0527	2.84	2.73	5.55	99.28		
人参皂苷 R _e	0.0538	2.90	3.10	6.07	102.26	98.49	2.72
	0.0526	1.68	1.42	3.12	101.41		
	0.0543	1.73	2.01	3.66	96.02		
	0.0528	1.68	1.82	3.41	95.05		
	0.0519	1.66	1.98	3.62	98.99		
人参皂苷 R _b ₁	0.0527	1.68	1.36	3.06	101.47	100.14	1.94
	0.0538	1.72	1.97	3.65	97.97		
	0.0526	3.90	3.45	7.42	102.03		
	0.0543	4.02	3.49	7.47	98.85		
	0.0528	3.91	4.12	8.10	101.70		
人参皂苷 R _d	0.0519	3.85	3.87	7.61	97.16	99.23	2.50
	0.0527	3.91	3.23	7.19	101.55		
	0.0538	3.99	4.18	8.15	99.52		
	0.0526	1.44	1.24	2.70	101.61		
	0.0543	1.49	1.67	3.13	98.20		
芍药苷	0.0528	1.45	1.82	3.24	98.35	100.45	2.40
	0.0519	1.42	1.34	2.80	102.99		
	0.0527	1.44	1.29	2.69	96.90		
	0.0538	1.47	1.48	2.91	97.30		
	0.0526	1.58	1.48	3.09	102.03		
丹皮酚	0.0543	1.63	1.41	3.03	99.29	100.20	0.64
	0.0528	1.59	1.25	2.87	102.40		
	0.0519	1.56	1.24	2.84	103.23		
	0.0527	1.59	1.87	3.43	98.40		
	0.0538	1.62	1.90	3.47	97.37		
丹皮酚	0.0526	8.21	7.82	16.07	100.51	100.20	0.64
	0.0543	8.47	8.76	17.25	100.23		
	0.0528	8.24	7.98	16.19	99.62		
	0.0519	8.10	7.79	15.93	100.51		
	0.0527	8.22	8.54	16.85	101.05		
丹皮酚	0.0538	8.39	8.56	16.89	99.30		

表 4 3 批样品各成分含量(n=3)

Table 4 The content of each component in 3 batches of samples						
批号	R _g ₁ /%	R _e /%	R _b ₁ /%	R _d /%	芍药苷/%	丹皮酚/%
20140110	5.39	3.19	7.41	2.74	3.01	15.60
20140208	5.31	3.05	6.79	2.62	2.99	18.28
20140315	5.53	3.16	6.59	2.78	3.59	10.18

方法简便、快捷、重现性好, 能准确反映提取物的内在质量, 可为今后开展人参-牡丹皮功效成分

·工艺研究·

芎藭汤加味方的提取工艺优选研究及药效学评价

孙 蓉¹, 冯 群², 张亚国³, 迟雪洁⁴(1. 山东省中医药研究院, 山东 济南 250014; 2. 天津中医药大学, 天津 300193; 3. 济宁市药品检验所, 山东 济宁 272000; 4. 潍坊市中医院, 山东 潍坊 261041)

摘要: **目的** 优选芎藭汤加味方的处方工艺, 通过药效学试验和急性毒性试验进行药效剂量筛选和初步安全性评价。 **方法** 采用正交试验法对挥发油、核桃油提取工艺与非挥发性成分的乙醇回流提取工艺条件进行筛选, 单因素试验法对提挥发油后水提液醇沉试验的乙醇浓度考察; 采用大鼠局灶脑缺血模型筛选提取方法改良后药物的剂量, 并采用小鼠急性毒性试验法对药物安全性进行初步考察。 **结果** 芎藭汤加味方最佳提取工艺为: 川芎、当归粉碎过 10 目筛, 加 10 倍量水浸泡 4 h, 水蒸气蒸馏提取 6 h, 滤液浓缩备用, 药渣保留; 将 150 ℃条件下加热 1.5 h 灭酶后的核桃仁粉碎至粗粉, 加入 4 倍量石油醚, 浸泡提取 4 次, 每次 40 min, 药渣保留; 对川芎、当归提油后药渣合并核桃仁药渣用 10 倍量 70 %乙醇提取 3 次, 每次 1 h。药物对大鼠局灶性脑缺血的有效剂量为 3.78 g·kg⁻¹, 折算成临床 70 kg 的成人每日用量为 42 g。小鼠最大给药量(MLD)为 120.96 g·kg⁻¹, 相当于临床 70 kg 的成人每公斤体质量日用量的 201.6 倍。 **结论** 该优选提取工艺稳定可行, 适用于芎藭汤加味方的提取。芎藭汤加味方对局灶脑缺血有保护作用, 且安全、低毒。

关键词: 芎藭汤加味方; 正交试验; 提取工艺; 局灶性脑缺血; 急性毒性

中图分类号: R285.5; R284.2 **文献标志码:** A **文章编号:** 1003-9783(2014)06-0750-06

doi: 10.3969/j.issn.1003-9783.2014.06.026

Optimization of Extraction Process and Pharmacodynamic Evaluation of Modified *Xiongqiong* Decoction

SUN Rong¹, FENG Qun², ZHANG Yanan³, CHI Xuejie⁴(1. Shandong Academy of Chinese Medicine, Ji'nan 250014 Shandong, China; 2. Tianjin University of Traditional Chinese Medicine, Tianjin 300193, China; 3. Jining Institute For Drug Control, Jining 272000 Shandong, China; 4. Weifang Traditional Chinese Medical Hospital, Weifang 261041 Shandong, China)

Abstract: **Objective** To optimize the extraction process of modified *Xiongqiong* decoction, and to evaluate the effective dosage and safety of the medicine by pharmacodynamic experiment and acute toxicity test. **Methods** Alcohol-reflux extraction process of volatile oil, walnut oil and non-volatile components was optimized with orthogonal test, while the concentration of alcohol in the test of water extraction and ethanol precipitation after volatile oil extraction was investigated with single factor experiments. Focal rat brain ischemia model was established to screen the effective dosage of the medicine extracted from modified *Xiongqiong* decoction, and mouse acute toxicity test was used to inspect its safety preliminarily. **Results** Optimal extraction process of modified *Xiongqiong* decoction was as follows: Rhizoma Chuanxiong and Radix Angelicae Sinensis were crushed and screened through mesh size of 10, the mixture was soaked in 10-fold water amount for 4 h, the filtrate was concentrated and the medicinal residue was in reserve after extracted with steam distillation for 6 h; walnuts were crushed into rough grains after heating at 150 ℃ for 1.5 h to remove the enzyme, the coarse powder was extracted by soaking with 4-fold amount petroleum ether for four times, 40 minutes for each time, and the medicinal residue was in reserve. The dregs of the decoction were extracted with 10-fold amount of 70 % ethanol for 3 times, one hour per time. Effective dosage of the extract for

收稿日期: 2014-08-05

作者简介: 孙蓉, 女, 研究员, 博士生导师, 研究方向: 中药药理与毒理。Email: sunrong107@163.com。

基金项目: 国家科技重大新药创制专项——中药复方药理学研究及药效学评价关键技术(2009ZX09502-015)。