

中图分类号: R932; R284.1; R286.0 文献标志码: A 文章编号: 1006-4931(2025)23-0057-05
doi:10.3969/j.issn.1006-4931.2025.23.012



膈下逐瘀颗粒提取工艺优选与制剂质量标准研究*

米晓琴, 罗 群, 任桂林, 赖 慧, 赵福兰, 蒲清荣[△]

(西南医科大学附属中医医院, 四川 泸州 646000)

摘要:目的 优选膈下逐瘀颗粒的水提工艺, 并提升其质量标准。方法 以加水量、浸泡时间、煎煮时间、煎煮次数为考察因素, 以柚皮苷含量和干膏得率的综合评分为评价指标, 采用 $L_9(3^4)$ 正交试验法优选膈下逐瘀颗粒的最佳提取工艺, 并进行验证。采用薄层色谱(TLC)法对制剂中红花、麸炒枳壳、醋延胡索、甘草进行定性鉴别。采用高效液相色谱(HPLC)法测定制剂中柚皮苷的含量, 色谱柱为 Shim-Pack VP-ODS 柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm), 流动相为水(用磷酸调 pH 至 3)–乙腈(80:20, V/V), 流速为 1.0 mL/min, 检测波长为 283 nm, 柱温为 35 °C, 进样量为 10 μL。结果 膈下逐瘀颗粒的最佳提取工艺为加 5 倍量水, 浸泡 1.0 h, 煎煮 3 次, 每次煎煮 1.0 h。在该提取工艺下, 平均干膏得率为 28.32%, 干膏中柚皮苷平均含量为 6.35 mg/g, 平均综合评分为 102.02%, RSD 为 0.26% (n=3)。红花、麸炒枳壳、醋延胡索、甘草的 TLC 图斑点清晰, 分离度良好, 且阴性对照无干扰。柚皮苷的质量浓度在 7.49~479.42 μg/mL 范围内与峰面积线性关系良好($r=0.9999$, $n=7$); 精密度、稳定性、重复性试验结果的 RSD 均小于 1.50%; 平均加样回收率为 99.49%, RSD 为 1.04% (n=9)。3 批样品中柚皮苷含量分别为 2.40, 2.37, 2.36 mg/g。结论 优选水提工艺的可行性及稳定性均良好, 建立的质量控制方法稳定、可靠, 可用于膈下逐瘀颗粒的质量控制。暂定膈下逐瘀颗粒含麸炒枳壳以柚皮苷($C_{27}H_{32}O_{14}$)计不得少于 1.9 mg/g。

关键词: 膈下逐瘀颗粒; $L_9(3^4)$ 正交试验法; 高效液相色谱法; 薄层色谱法; 柚皮苷; 水提工艺; 质量标准

Optimization of Extraction Process and Quality Standard of Gexia Zhuyu Granules

MI Xiaoqin, LUO Qun, REN Guilin, LAI Hui, ZHAO Fulan, PU Qingrong

(The Affiliated Traditional Chinese Medicine Hospital of Southwest Medical University, Luzhou, Sichuan, China 646000)

Abstract: Objective To optimize the water extraction process of Gexia Zhuyu Granules, and to improve their quality standard. **Methods** With the water addition, soaking time, decoction time, and decoction times as evaluation factors, and with the comprehensive score of naringin content and dry extract yield as the evaluation index, the $L_9(3^4)$ orthogonal test was used to optimize the extraction process of Gexia Zhuyu Granules and verify it. Thin-layer chromatography (TLC) method was used for qualitative identification of Carthami Flos, Fructus Aurantii stir-fried with bran, vinegar-processed Corydalis Rhizoma, and Glycyrrhizae Radix et Rhizoma in the preparation. High-performance liquid chromatography (HPLC) method was used for the content determination of naringin in the preparation. The chromatographic column was Shim-Pack VP-ODS column (250 mm × 4.6 mm, 5 μm), the mobile phase was water (adjusted to pH 3 with phosphoric acid)–acetonitrile (80:20, V/V), the flow rate was 1.0 mL/min, the detection wavelength was 283 nm, the column temperature was 35 °C, and the injection volume was 10 μL. **Results** The optimal extraction process of Dixia Zhuyu Granules was as follows: adding five times the amount of water, soaking for 1.0 h, decocting for three times with 1.0 h for each time. Under this extraction process, the average yield of the dry extract was 28.32%, the average content of naringin in the dry extract was 6.35 mg/g, the average comprehensive score was 102.02%,

*基金项目: 国家中医药管理局全国老药工传承工作室建设项目[国中医药人教函[2024]255号]; 四川省中医药管理局国家中医优势专科建设项目[国中医药政函[2024]90号]。

第一作者: 米晓琴, 女, 硕士研究生, 主管中药师, 研究方向为中药品种品质, (电子信箱)794488308@qq.com。

[△]通信作者: 蒲清荣, 男, 大学本科, 主任中药师, 研究方向为中药制剂开发, (电子信箱)1074722743@qq.com。

of p38MAPK Targeting NIX / LC3 Axis [J]. Cells, 2023, 12(3):395.

[30] BIENTINESI E, RISTORI S, LULLI M, et al. Quercetin induces senolysis of doxorubicin-induced senescent fibroblasts by reducing autophagy, preventing their pro-tumour effect on osteosarcoma cells [J]. Mechanisms of Ageing and Development, 2024, 220:111957.

[31] OHSHIRO K, RAYALA SK, EL-NAGGAR AK, et al. Delivery of cytoplasmic proteins to autophagosomes [J]. Autophagy, 2008, 4(1):104-106.

[32] 刘虹, 邵荣光. 自噬在肿瘤发生与发展过程中的调节作用[J]. 药理学, 2016, 51(1):23-28.

[33] ZHENG YD, HE Z, SU ZC, et al. Bufalin induces apoptosis and autophagy via the Ca^{2+} / CaMK β / AMPK / Beclin1 signaling pathway in osteosarcoma cells [J]. Cell Biology International, 2023, 47(8):1344-1353.

[34] REN YQ, WANG RZ, WENG SY, et al. Multifaceted role of redox pattern in the tumor immune microenvironment regarding autophagy and apoptosis [J]. Mol Cancer, 2023, 22(1):130.

(收稿日期: 2025-05-13; 修回日期: 2025-09-23)

and the *RSD* was 0.26% ($n = 3$). The TLC images of Carthami Flos, Fructus Aurantii stir-fried with bran, vinegar-processed Corydalis Rhizoma, and Glycyrrhizae Radix et Rhizoma showed clear spots and good separation, and the negative control had no interference. The linear range of naringin was 7.49 – 479.42 $\mu\text{g} / \text{mL}$ ($r = 0.999\ 9, n = 7$). The *RSDs* of precision, stability, and repeatability tests results were all lower than 1.50%. The average recovery rate of naringin was 99.49%, with an *RSD* of 1.04% ($n = 9$). The contents of naringin in the three batches of samples were 2.40, 2.37, and 2.36 mg / g , respectively.

Conclusion The optimal extraction process has good feasibility and stability, and the established quality control method is reliable and stable, which can be used for the quality control of the Gexia Zhuyu Granules. Temporarily, the content of Gexia Zhuyu Granules in Fructus Aurantii stir-fried with bran should not be lower than 1.9 mg / g [calculated as naringin ($\text{C}_{27}\text{H}_{32}\text{O}_{14}$)].

Key words: Gexia Zhuyu Granules; $L_9(3^4)$ orthogonal test; HPLC; TLC; naringin; water extraction process; quality standard

膈下逐瘀汤源自《医林改错》，由当归、川芎、赤芍、桃仁、红花等中药材组方，具有逐瘀活血、破癥消结功效，主要用于治疗膈下积聚痞块、痛处不移等血瘀气滞症。膈下逐瘀汤对病机为血瘀气滞的疾病有“异病同治”作用，凡属膈下逐瘀汤证，均可使用此方^[1]，临床使用广泛。为响应《四川省医疗机构应用传统工艺配制中药制剂备案管理实施细则》^[2]，结合本地中医实践，我院拟将该方转化为医院制剂。本研究中采用 $L_9(3^4)$ 正交试验法优选了膈下逐瘀颗粒的最佳水提工艺，并对其进行了定性定量鉴别，旨在为膈下逐瘀颗粒的工业化生产提供基础数据。现报道如下。

1 仪器与试药

1.1 仪器

LC-20A 型高效液相色谱仪，AUW120D 型电子天平(精度为 0.1 mg)，均购自日本 Shimadzu 公司；JA203H 型电子天平(常州市幸运电子设备有限公司，精度为 0.001 g)；HGZF-II-101-3 型电热恒温鼓风干燥箱(上海跃进医疗器械有限公司)；HH-S8 型数显恒温装置(江苏金怡仪器科技有限公司)；JPCT0328 型超声波萃取仪(武汉嘉鹏电子有限公司，功率为 300 W，频率为 160 Hz)；GOODLOOK-1000 型全自动薄层色谱成像分析系统(上海科哲生化科技有限公司)；800 型离心机(上海手术器械厂，转速 0 ~ 4 000 r/min)。

1.2 试药

中药饮片醋五灵脂、当归、酒川芎、煨桃仁、牡丹皮、赤芍、乌药、醋延胡索、甘草片、醋香附、红花、麸炒枳壳(四川鑫仁泰药业有限责任公司，批号分别为 220301, 220501, 220201, 211101, 220101, 220501, 220101, 220101, 220501, 201101, 211201, 220201)；柚皮苷对照品(批号为 110722-202116，纯度为 93.5%)，延胡索乙素对照品(批号为 110726-202020)，红花对照药材(批号为 120907-201713)，麸炒枳壳对照药材(批号为 120981-202106)，甘草对照药材(批号为 120904-202021)，均购自中国食品药品检定研究院；水为超纯水；乙腈、磷酸均为色谱纯，其余试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 样品制备

膈下逐瘀处方：醋五灵脂 12 g，当归 18 g，酒川芎 12 g，煨桃仁 18 g，牡丹皮 12 g，赤芍 12 g，乌药 12 g，醋延胡索 6 g，甘草片 18 g，醋香附 9 g，红花 18 g，麸炒枳壳 9 g。取上述药材，加水提取，合并提取液，浓缩，加糊精制粒，烘干，备用。

2.2 柚皮苷含量测定

2.2.1 色谱条件与系统适用性试验

色谱柱：Shim-Pack VP-ODS 柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm)；流动相：水(用磷酸调 pH 至 3)–乙腈(80:20, V/V)；流速：1.0 mL/min；检测波长：283 nm；柱温：35 $^{\circ}\text{C}$ ；进样量：10 μL 。在此色谱条件下的理论板数以柚皮苷峰计应不低于 3 000^[3-4]。

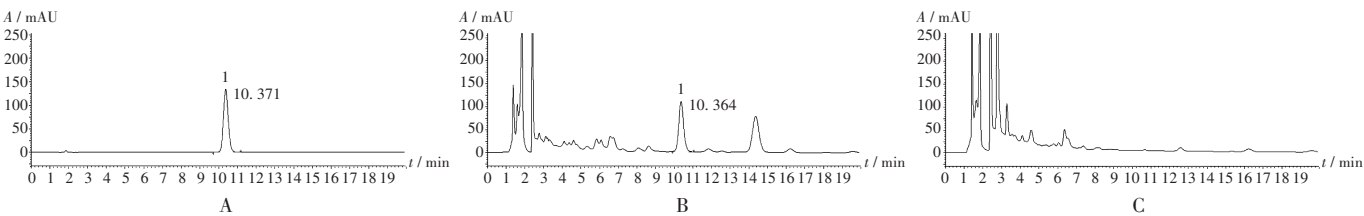
2.2.2 溶液制备

取柚皮苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成质量浓度为 80 $\mu\text{g} / \text{mL}$ 的柚皮苷对照品溶液。取膈下逐瘀处方水提工艺干浸膏 1 g(或膈下逐瘀颗粒 2 g)，精密称定，置具塞锥形瓶中，加甲醇 50 mL，记录初始质量，加热回流 1.5 h，冷却至室温，再称定质量，加甲醇补足减失的质量，混匀，0.22 μm 微孔滤膜滤过，即得供试品溶液。分别按处方比例称取不含麸炒枳壳的处方药材，按 2.1 项下方法制备缺麸炒枳壳的膈下逐瘀颗粒阴性样品，再按供试品溶液制备方法制备阴性对照品溶液。

2.2.3 方法学考察

专属性试验：取 2.2.2 项下对照品溶液、供试品溶液、阴性对照品溶液各 10 μL ，按 2.2.1 项下色谱条件进样测定，记录色谱图。结果供试品溶液色谱中，在与对照品溶液色谱相同保留时间处有相应色谱峰出现，且阴性对照无干扰，表明方法专属性良好。详见图 1。

线性关系考察：取柚皮苷对照品 20.03 mg，精密称定，置 25 mL 容量瓶中，加甲醇制成质量浓度为 0.749 1 mg / mL 的对照品贮备液。精密量取对照品贮备液 0.1, 0.2, 0.4, 0.8, 1.6, 3.2, 6.4 mL，加甲醇稀释至 10 mL，即得质量浓度分别为 7.49, 14.98, 29.96, 59.93, 119.86, 239.71, 479.42 $\mu\text{g} / \text{mL}$ 的系列溶液，按 2.2.1 项下色谱



1. 柚皮苷
A. 对照品溶液 B. 供试品溶液 C. 阴性对照品溶液

图1 高效液相色谱图
1. Naringin

A. Reference solution B. Test solution C. Negative reference solution

Fig. 1 HPLC chromatograms

条件进样测定,以质量浓度($X, \mu\text{g} / \text{mL}$)为横坐标、峰面积(Y)为纵坐标进行线性回归,得回归方程 $Y = 19\,809.964\,5 X - 39\,998.551\,7 (r = 0.999\,9, n = 7)$ 。结果表明,柚皮苷的质量浓度在 $7.49 \sim 479.42 \mu\text{g} / \text{mL}$ 范围内与峰面积线性关系良好。

精密度试验:精密量取线性关系考察项下质量浓度为 $119.86 \mu\text{g} / \text{mL}$ 的柚皮苷对照品溶液适量,按 2.2.1 项下色谱条件连续进样测定 6 次,记录峰面积。结果的 RSD 为 $0.03\% (n = 6)$,表明仪器精密度良好。

稳定性试验:精密量取 2.2.2 项下供试品溶液适量,分别于制备后 0, 2, 4, 6, 8, 12, 24 h 时按 2.2.1 项下色谱条件进样测定,记录峰面积。结果的 RSD 为 $1.01\% (n = 7)$,表明供试品溶液在室温放置 24 h 内稳定性良好。

重复性试验:取同一批样品适量,精密称定,平行 6 份,按 2.2.2 项下方法制备供试品溶液,按 2.2.1 项下色谱条件进样测定,记录峰面积。结果的 RSD 为 $0.29\% (n = 6)$,表明方法重复性良好。

加样回收试验:取柚皮苷对照品适量,按 2.2.2 项下方法制备质量浓度为 $1.205\,2 \text{ mg} / \text{mL}$ 的柚皮苷对照品溶液。取同一批样品 1 g,精密称定,平行 9 份,分别加入柚皮苷对照品溶液 1, 2, 3 mL,各 3 份,按 2.2.2 项下方法制备供试品溶液,按 2.2.1 项下色谱条件进样测定,记录峰面积,并计算回收率。结果柚皮苷的平均回收率为 99.49% , RSD 为 $1.04\% (n = 9)$,表明方法准确度良好。

2.2.4 样品含量测定

取样品适量,按 2.2.2 项下方法制备供试品溶液,记录峰面积,按外标法计算含量。

2.3 干膏得率测定

取膈下逐瘀处方水提工艺提取液,浓缩,干燥,称定干膏质量,计算干膏得率。干膏得率($\%$) = (干浸膏质量 / 投入中药饮片质量) $\times 100\%$ 。

2.4 $L_9(3^4)$ 正交试验法优选提取工艺

工艺优选:以加水量(因素 A)、煎煮时间(因素 B)、

表1 因素与水平

Tab.1 Factors and their levels

水平	因素 A(倍)	因素 B(h)	因素 C(次)	因素 D(h)
1	4	0.5	1	0.5
2	5	1.0	2	1.0
3	6	1.5	3	1.5

表2 $L_9(3^4)$ 正交试验设计与结果

Tab.2 Design and results of the $L_9(3^4)$ orthogonal test

序号	因素 A	因素 B	因素 C	因素 D	干膏得率($\%$)	柚皮苷含量(mg / g)	综合评分($\%$)
1	1	1	1	1	10.98	4.86	62.59
2	1	2	2	2	18.58	6.19	86.39
3	1	3	3	3	24.47	4.71	80.72
4	2	1	2	3	17.23	6.03	82.89
5	2	2	3	1	27.57	5.47	92.51
6	2	3	1	2	14.04	6.13	79.21
7	3	1	3	2	24.84	6.25	96.03
8	3	2	1	3	16.21	4.95	71.04
9	3	3	2	1	20.41	5.03	77.90
K_1	229.70	241.51	212.84	233.00			
K_2	254.62	249.94	247.18	261.63			
K_3	244.97	237.84	269.27	234.65			
R	24.91	12.10	56.42	28.63			

煎煮次数(因素 C)、浸泡时间(因素 D)为考察因素,以干浸膏中的柚皮苷含量和干膏得率为评价指标,设计 $L_9(3^4)$ 正交试验,计算综合评分,综合评分 = [(干膏得率 / 干膏得率最大值) $\times 0.4$ + (柚皮苷含量 / 柚皮苷含量最大值) $\times 0.6$] $\times 100\%$ 。因素与水平见表 1,正交试验设计与结果见表 2。可见,煎煮次数对综合评分影响最大,加水量、浸泡时间次之,煎煮时间最小。由方差分析结果可见,各因素对综合评分的影响大小排序为因素 C > 因素 D > 因素 A > 因素 B,因素 B 影响最小,故设为方差来源中的误差。因素 C 对综合评分有显著影响($P < 0.05$),但因素 A 和因素 D 均无显著影响($P > 0.05$),表明煎煮次数对提取工艺的影响最大。详见表 3。综合直观分析

表 3 方差分析结果

Tab. 3 Results of the analysis of variance

方差来源	Ⅲ类平方和	自由度	均方	F 值	P
A	105.179	2	52.589	4.093	> 0.05
B(误差)	25.695	2	12.848		
C	538.886	2	269.443	20.972	< 0.05
D	172.258	2	86.129	6.704	> 0.05

与方差分析结果,确定膈下逐瘀处方最佳水提工艺参数为A₂B₂C₃D₂,即加5倍量水,浸泡1.0 h,煎煮3次,每次煎煮1.0 h。

验证试验:按优选提取工艺A₂B₂C₃D₂制备3批样品,按2.2项下方法测定柚皮苷含量,按2.3项下方法测定干膏得率,并计算综合评分。结果综合评分的RSD为0.26%(n=3),表明优选工艺稳定、可行。详见表4。故按此水提工艺制备3批(批号分别为20221117,20221118,20221119)中试产品进行定性和定量研究。

表 4 验证试验结果

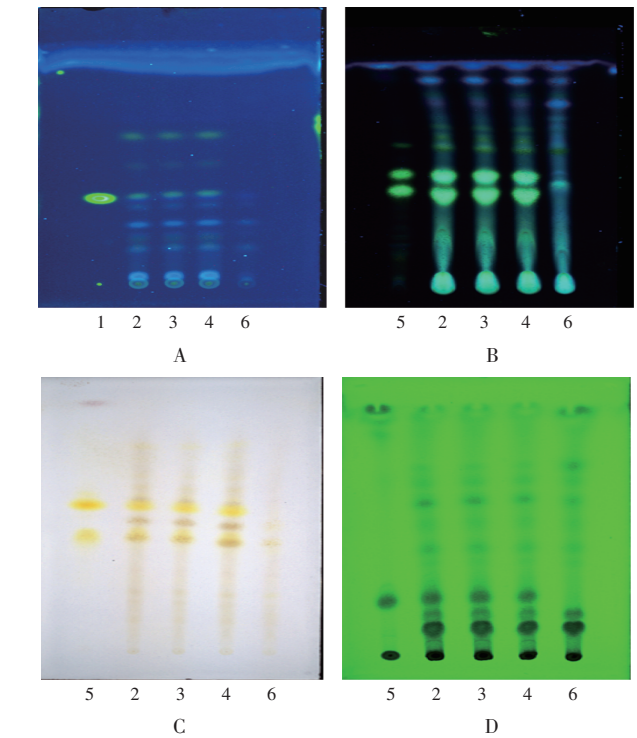
Tab. 4 Results of the verification test

序号	干膏得率(%)	柚皮苷含量(mg/g)	综合评分(%)
1	28.22	6.39	102.28
2	28.37	6.34	102.02
3	28.38	6.31	101.75
$\bar{X}$	28.32	6.35	102.02

2.5 薄层色谱(TLC)鉴别

醋延胡索^[5-6]:取样品10 g,加乙醇50 mL,超声处理30 min,滤过,滤液经水浴蒸干,残渣加20 mL水溶解,用氨试液调pH至10~11,用乙醚提取2次,每次20 mL,合并乙醚液,挥干,残渣用乙醇1 mL溶解,作为供试品溶液^[7]。取延胡索乙素对照品适量,加甲醇溶解成质量浓度为0.5 mg/mL的对照品溶液。按处方比例及工艺制备缺醋延胡索的阴性样品,按供试品溶液制备方法制备阴性对照品溶液。按2020年版《中国药典(四部)》通则0502 TLC法试验^[8],吸取上述3种溶液各5~10 μL,分别点于同一硅胶G薄层板上,以环己烷-三氯甲烷-甲醇(7.5:4:0.4,V/V/V)为展开剂,展开,取出,晾干,以碘蒸气熏至斑点显色清晰,挥尽板上吸附的碘,分别置紫外光灯(365 nm)下检视。结果供试品溶液色谱中,在与对照品溶液色谱相应位置显相同颜色的斑点,且阴性对照无干扰。详见图2 A。

麸炒枳壳^[9-10]:取样品10 g,加乙醇25 mL,超声处理30 min,滤过,水浴蒸干滤液,残渣加甲醇2 mL溶解,即得供试品溶液。取麸炒枳壳对照药材0.2 g,按供试品溶液制备方法制备对照药材溶液。按处方比例及工艺制备缺麸炒枳壳的阴性样品,按供试品溶液制备方法制备阴性对照品溶液。按2020年版《中国药典(四部)》通则0502 TLC法试验^[8],吸取上述3种溶液各3~6 μL,分



1. 对照品溶液 2-4. 供试品溶液 5. 对照药材溶液
6. 阴性对照品溶液
A. 醋延胡索(365 nm) B. 麸炒枳壳(365 nm) C. 甘草(日光)
D. 红花(254 nm)

图 2 薄层色谱图

1. Reference solution 2-4. Test solution 5. Reference medicinal medicine solution 6. Negative reference solution
A. Vinegar-processed Corydalis Rhizoma (365 nm) B. Fructus Aurantii stir-fried with bran (365 nm) C. Glycyrrhizae Radix et Rhizoma (sunlight) D. Carthami Flos (254 nm)

Fig. 2 TLC chromatograms

别点于同一硅胶G薄层板上,以三氯甲烷-甲醇-水(13:6:2,V/V/V)的下层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,喷3%三氯化铝乙醇溶液,105℃加热显色,分别置紫外光灯(365 nm)下检视。结果供试品溶液色谱中,在与对照药材溶液色谱相应位置显相同颜色的斑点,且阴性对照无干扰。详见图2 B。

甘草^[11-12]:取样品15 g,加水100 mL,煎煮30 min,离心,取上清液,浓缩至30 mL,用乙醚提取2次,每次30 mL,水液用乙酸乙酯提取2次,每次50 mL,水浴蒸干,残渣加甲醇1 mL溶解,即得供试品溶液。取甘草对照药材1 g,按供试品溶液制备方法制备对照药材溶液。按处方比例及工艺制备缺甘草的阴性样品,按供试品溶液制备方法制备阴性对照品溶液。按2020年版《中国药典(四部)》通则0502 TLC法试验^[8],吸取上述3种溶液各3~6 μL,点于同一硅胶G薄层板上,以三氯甲烷-甲醇-水(13:7:2,V/V/V)的下层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,喷10%硫酸乙醇溶液,105℃加热显色,分别置日光下检视。结果供试品溶液色谱中,在与

对照药材溶液色谱相应位置显相同颜色的斑点,且阴性对照无干扰。详见图 2 C。

红花^[13]:取样品 20 g,加甲醇 80 mL,回流 30 min,滤过,蒸干,加水 20 mL 溶解,加乙酸乙酯提取 2 次,每次 20 mL,合并提取液,用 1% NaOH 溶液洗涤 2 次,每次 20 mL,弃洗涤液,蒸干乙酸乙酯液,残渣加甲醇 1 mL 溶解,即得供试品溶液。取红花对照药材 1 g,按供试品溶液制备方法制备对照药材溶液。按处方比例及工艺制备缺红花的阴性样品,按供试品溶液制备方法制备阴性对照品溶液。按 2020 年版《中国药典(四部)》通则 0502 TLC 法试验^[8],吸取上述 3 种溶液各 5~10 μ L,点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上,以乙醚-三氯甲烷(2:3, V/V)为展开剂,展开,取出,晾干,分别置紫外光灯(254 nm)下检视。结果供试品溶液色谱中,在与对照药材溶液色谱相应位置显相同颜色的斑点,且阴性对照无干扰。详见图 2 D。

2.6 柚皮苷含量测定

取 3 批(批号分别为 20221117, 20221118, 20221119)中试产品各适量,按 2.2 项下方法制备供试品溶液,按 2.1 项下色谱条件进样测定,记录峰面积,并计算含量。结果 3 批中试产品中柚皮苷的含量分别为 2.40, 2.37, 2.36 mg/g, 平均为 2.38 mg/g。根据医院制剂相关要求,暂定膈下逐瘀颗粒含麸炒枳壳以柚皮苷(C₂₇H₃₂O₁₄)计不得少于 1.9 mg/g。

3 讨论

膈下逐瘀颗粒处方中,当归、酒川芎、赤芍有养血活血功效,与逐瘀药并用,既能促瘀血消散,又能催生新血,同时避免阴血耗损;燂桃仁与红花则擅长破血逐瘀,川芎能行血中之气,进一步助力活血化瘀;醋五灵脂与牡丹皮强化活血化瘀之力,与醋延胡索、醋香附、乌药等行气止痛药配伍,既止痛又助活血;麸炒枳壳、乌药、醋香附三药合用,可通气活血、通利经脉;醋五灵脂、醋延胡索长于畅通血脉、活血消瘀之效;牡丹皮清热凉血、活血消瘀;甘草调和诸药,使全方药性和谐,提升整体疗效。通过精心配伍,膈下逐瘀汤能精准针对病灶,尤其是膈下区域,疗效显著^[14-15]。

方中当归(含阿魏酸)与酒川芎(含阿魏酸)、赤芍(含芍药苷)与牡丹皮(含芍药苷)存在成分相互干扰,牡丹皮中的丹皮酚易挥发,燂桃仁中的苦杏仁苷易水解,红花中的红花黄色素 A 则对湿、热、光不稳定,而枳壳中的柚皮苷有抗炎、抗菌、抗氧化、抗肿瘤等多重药理学作用。因此,选择麸炒枳壳中柚皮苷作为含量测定的指标性成分,以确保方剂的有效性和稳定性^[16-18]。

本研究中还建立了醋延胡索、麸炒枳壳、甘草、红花的 TLC 鉴别法,前期试验中均比较了 3 种展开系统,结果均显示斑点清晰,分离效果好,且阴性对照均无干

扰,可作为质量控制鉴别方法;还对制剂中赤芍、当归、酒川芎、醋香附、乌药等药材进行了鉴定,但特征斑点均有干扰,燂桃仁、牡丹皮均无特征斑点,故不纳入鉴别项。

综上所述,本研究中优选水提工艺的可行性及稳定性均良好,建立的质量控制方法稳定、可靠,可用于膈下逐瘀颗粒的质量控制。

参考文献

- [1] 何金波, 张晓云, 陈绍宏. 陈绍宏教授运用膈下逐瘀汤的临床经验[J]. 中国中医药现代远程教育, 2016, 14(7): 78-79.
- [2] 四川省药品监督管理局. 关于发布《四川省医疗机构应用传统工艺配制中药制剂备案管理实施细则》的公告[A/OL]. (2019-02-10)[2024-11-09]. <http://yj.jsc.gov.cn/scyj/zfxxgk/gfxwj/2019/2/10/042d08f214d643e5bb03a7892efd7c7c.shtml>.
- [3] 王启砚, 刘冬梅, 宋 军. 高效液相色谱法测定玳玳花中柚皮苷和新橙皮苷含量[J]. 中国药业, 2023, 12(37): 68-70.
- [4] 马晓静, 程 焱, 谢秋红, 等. HPLC 法同时测定紫菀丸中柚皮苷、橙皮苷和新橙皮苷的含量[J]. 中国医药导报, 2023, 25(3): 317-319.
- [5] 刘信秋, 李思光, 尹安坤, 等. 柴芍理气和胃合剂质量标准研究[J]. 中国药业, 2023, 32(12): 72-75.
- [6] 黄 芳, 陈红斌, 杜 静. 健胃合剂质量控制方法研究[J]. 中国现代应用药学, 2019, 36(11): 1375-1378.
- [7] 王 玉, 伏 娇, 李 佳. 提高女金片的质量标准研究[J]. 广州化工, 2023, 51(4): 122-125.
- [8] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典(四部)[M]. 北京: 中国医药科技出版社, 2020: 59-60.
- [9] 柴蓉蓉, 高英莺, 潘会君, 等. 丁香降气颗粒的研制及质量标准研究[J]. 食品与药品, 2022, 22(6): 464-470.
- [10] 王发英, 徐 欢, 杨武亮, 等. 枳壳质量标准研究[J]. 中成药, 2009, 31(12): 1897-1901.
- [11] 赵雯玮, 达娃卓玛, 王珊珊, 等. 药赞丹杰巴丸质量标准研究[J]. 亚太传统医药, 2023, 19(10): 38-43.
- [12] 李占芳, 李俊卿, 宋建建, 等. 龙胆泻肝丸(浓缩丸)现行质控标准的提高研究[J]. 中国医药科学, 2021, 11(19): 80-84.
- [13] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典(一部)[M]. 北京: 中国医药科技出版社, 2020: 705.
- [14] 段改杰, 康志媛, 郭 森. 膈下逐瘀汤的妇科临床应用及作用机制探讨[J]. 中国计划生育与妇产科, 2024, 16(10): 7-9.
- [15] 刘旭东, 陈育群, 吴 潇, 等. 基于网络药理学和分子对接探讨膈下逐瘀汤治疗胃癌作用机制[J]. 中国中医药图书情报杂志, 2023, 47(4): 36-42.
- [16] 李承满, 王 飞. 柚皮苷促进骨折愈合的作用机制研究进展[J]. 现代药物与临床, 2023, 38(5): 1272-1277.
- [17] 金灵璐, 仲卫红, 李宇涛, 等. 柚皮苷治疗类风湿关节炎的作用机制研究进展[J]. 风湿病与关节炎, 2023, 12(1): 62-65.
- [18] 江宝瑞, 丁 宏, 王 跃, 等. 枳壳的药理研究进展[J]. 云南中医中药杂志, 2022, 43(6): 70-75.

(收稿日期: 2024-11-18; 修回日期: 2025-07-28)