

中图分类号: R932; R284.1; R286.0

文献标志码: A

文章编号: 1006-4931(2026)15-0085-07

doi:10.3969/j.issn.1006-4931.2026.15.014



基于标准汤剂多指标表征的云南产砂仁(阳春砂)配方颗粒 省级质量标准适用性评价*

戴进¹, 杨燕², 何雨桐^{1△}, 张晓南³, 谭文红⁴, 刘录⁵, 杨竹雅⁵

- (1. 云南省药品和医疗器械审评中心, 云南 昆明 650106; 2. 云南省药物研究所, 云南 昆明 650500;
3. 云南省食品药品审核查验中心, 云南 昆明 650200; 4. 云南中医药大学民族医药学院, 云南 昆明
650500; 5. 云南中医药大学中药学院, 云南 昆明 650500)

摘要:目的 通过多指标实测数据验证现行云南省砂仁(阳春砂)配方颗粒地方标准对云南产地药材的适用性, 为标准的优化提供试验依据。**方法** 采集云南省3个主产区4个产地共20批砂仁(阳春砂)药材, 规范炮制后得到饮片, 参考《云南省药品监督管理局中药配方颗粒标准》(YNPFKL-2021076)制备标准汤剂, 分别测定饮片及标准汤剂的水分、出膏率、特征图谱、挥发油、香草酸及槲皮苷含量, 统计指标转移率, 并将实测结果与云南省砂仁配方颗粒限度标准进行比对、分析。**结果** 20批饮片的水分分为8.0%~11.0%, 香草酸、槲皮苷的含量分别为0.019%~0.040%、0.006%~0.016%; 对应标准汤剂的出膏率为11.26%~16.37%, 挥发油含量为0.71%~1.87%, 香草酸含量为0.111%~0.211%, 槲皮苷含量为0.028%~0.072%; 20批样品的特征图谱均可满足省级标准要求; 经量值折算后, 配方颗粒成品各项指标均符合现行省级标准限度, 但分别有2批、2批、1批样品的出膏率、香草酸及槲皮苷含量超出省级标准上限。**结论** 云南产砂仁(阳春砂)可作为砂仁配方颗粒标准制订与工业化生产的原料。现有省级标准出膏率上限、指标成分含量下限偏低, 建议适度上调限值。

关键词: 砂仁(阳春砂); 配方颗粒; 标准汤剂; 质量标准; 特征图谱; 适用性评价

Applicability Evaluation of Provincial Quality Standard for Yunnan Amomi Fructus (*Amomum villosum*) Formula Granules Based on Multi-Index Characterization of Standard Decoction

Dai Jin¹, Yang Yan², He Yutong^{1△}, Zhang Xiaonan³, Tan Wenhong⁴, Liu Lu⁵, Yang Zhuya⁵

(1. Yunnan Center for Drug and Medical Device Evaluation, Kunming, Yunnan 650106, China; 2. Yunnan Institute of Materia Medica, Kunming, Yunnan 650500, China; 3. Center for Food and Drug Inspection of Yunnan Province, Kunming, Yunnan 650200, China; 4. College of Ethnic Medicine, Yunnan University of Chinese Medicine, Kunming, Yunnan 650500, China; 5. College of Traditional Chinese Medicine, Yunnan University of Chinese Medicine, Kunming, Yunnan 650500, China)

Abstract: Objective To verify the applicability of the current local standard of Yunnan Amomi Fructus (*Amomum villosum*) Formula Granules to medicinal materials from Yunnan Province by multi-index measured data, and to provide an experimental basis for the optimization of the standard. **Methods** A total of 20 batches of Yunnan Amomi Fructus (*Amomum villosum*) were collected from four producing areas in three major origin places of Yunnan Province, and they were processed to obtain decoction pieces. The standard decoction was prepared by referring to the *Standard of Traditional Chinese Medicine Formula Granules of the Medical Products Administration of Yunnan Province: Amomi Fructus (Amomum villosum) Formula Granules* (YNPFKL-2021076). The water content, paste yield, characteristic chromatograms, volatile oil, and contents of vanillic acid and quercitrin in decoction pieces and standard decoction were determined, and the index transfer rate was counted. The measured results were compared and analyzed with the limit standard of Yunnan Amomi Fructus (*Amomum villosum*) Formula Granules. **Results** The water content of 20 batches of decoction pieces was in the range of 8.0% - 11.0%, and the contents of vanillic acid and quercitrin were in the range of 0.019% - 0.040%, and 0.006% - 0.016%, respectively. The paste yield and the contents of volatile oil, vanillic acid, and quercitrin of the corresponding standard decoction were in the ranges of 11.26% - 16.37%, 0.71% - 1.87%, 0.111% - 0.211%, and 0.028% - 0.072%, respectively. The characteristic chromatograms of 20 batches of samples could meet the requirements of provincial standards. After value conversion, all indicators of the finished products of formula granules could meet the current provincial standard limits, but there were two batches of samples with paste yield, two batches of samples with vanillic acid content, and one batch of samples with quercitrin content exceeding the provincial standard upper limit. **Conclusion** Yunnan Amomi Fructus (*Amomum villosum*) can be used as raw materials for the formulation of Amomi Fructus Formula Granules standards and

* 基金项目: 云南省科学技术厅科技计划项目[202202AA100009, 202302AA310006]; 云南省高等学校工程研究中心建设计划项目[2020YGG01]; 云南省教育厅重点实验室建设计划项目[2022YGG02]; 云南省药品和医疗器械审评项目(中药配方颗粒再评价)。

第一作者: 戴进, 男, 硕士, 主管药师, 研究方向为药品注册审评、中药标准审评, (电子信箱)1915762263@qq.com。

△通信作者: 何雨桐, 女, 硕士, 副主任药师, 研究方向为药品注册审评、中药标准审评, (电子信箱)1074782972@qq.com。

industrial production. The current provincial standards for the upper limit of paste yield and the lower limit of indicator component content are relatively low. It is recommended to moderately increase the limit values.

Key words: Amomi Fructus (*Amomum villosum*); formula granules; standard decoction; quality standard; characteristic chromatograms; applicability evaluation

砂仁为姜科豆蔻属多年生草本植物阳春砂 *Amomum villosum* Lour.、绿壳砂 *Amomum villosum* Lour. var. *xanthioides* T. L. Wu et Senjen 和海南砂 *Amomum longiligulare* T. L. Wu 的干燥成熟果实^[1],具有化湿开胃、温脾止泻、理气安胎功效,可用于治疗湿浊中阻、脘痞不饥、脾胃虚寒、呕吐泄泻、妊娠恶阻、胎动不安等症^[1-2]。阳春砂为栽培品,主产于云南、广东、广西、福建等地;绿壳砂为野生品,主产于云南的南部至西南部,以及老挝、缅甸、越南等东南亚国家;海南砂多为野生品,有少量栽培品,主产于海南^[3-4]。云南地理条件、环境、温度均适合砂仁的生长,故砂仁在云南的种植面积不断扩大,产量也逐年增长,远超广东。截至2021年,云南产区阳春砂种植面积已达72万亩^[5],产量占全国总产量的90%以上^[6-7],主要分布于西双版纳的景洪、勐腊、勐海,普洱的孟连、江城、澜沧、西盟,文山的马关、麻栗坡、富宁,红河州的屏边、金平、河口等地^[8-10]。砂仁收录于《云南省道地药材名录(2024版)》,为十大云药之一^[11]。中药饮片标准汤剂是以中医理论为指导和临床应用为基础,参考现代提取方法,经标准化工艺制备而成的单味中药饮片水煎剂,用于规范和标准化临床用药^[12]。《中药配方颗粒质量控制与标准制定技术要求》规定,中药配方颗粒的药学研究包括工艺参数确定、质量控制方法和指标选择、限度制定等均应与标准汤剂进行对比研究^[13]。因此,标准汤剂的表征数据对配方颗粒的质量控制至关重要。为充分考察以云南道地产区砂仁(阳春砂)为原料制成的配方颗粒汤剂与标准汤剂间的相似度,验证砂仁(阳春砂)制成配方颗粒的可行性、适用性,本研究中结合文献^[12,14]及前期调研经验,选择云南产砂仁(阳春砂)的道地产区(西双版纳傣族自治州勐腊县)及主产区(红河哈尼族彝族自治州金平县、文山壮族苗族自治州马关县)等4个产地作为实地调研产地,从道地产区、主产区采集药材样品,开展砂仁(阳春砂)标准汤剂的对比验证研究。现报道如下。

1 仪器与试药

1.1 仪器

Acquity H-Class 型超高效液相色谱(UPLC)仪(沃特世科技<上海>有限公司);XPR36/A型电子天平(精度为百万分之一),AG285型电子天平(精度为万分之一/十万分之一),AB-204型电子天平(精度为万分之一),均购自瑞士Mettler Toledo公司;SK8200HP型超

声波清洗仪(上海科导超声仪器有限公司,功率为500 W,频率为53 kHz);LYO-1型冷冻干燥机(上海东富龙科技股份有限公司)。

1.2 试药

甲醇、磷酸(分析纯,国药集团化学试剂有限公司);乙腈(色谱纯,德国Merck公司);水为自制超纯水;香草酸对照品(批号为110776-201503,纯度为99.8%),槲皮苷对照品(批号为111538-202007,纯度为93.5%),砂仁对照药材(批号为120985-201406),均购自中国食品药品检定研究院;20批云南产砂仁(阳春砂)药材(编号为YC1-YC20)由云南省药物研究所天然药物资源研究室采集,并经中国科学院昆明植物研究所杨文光助理研究员鉴定为正品,同号标本保存于云南省药物研究所标本室,样品信息见表1。

2 方法与结果

2.1 饮片炮制与检测

参考2020年版《中国药典(一部)》^[1],取20批砂仁(阳春砂)药材,除去杂质,制备20批(编号为YP1-YP20)砂仁(阳春砂)饮片。饮片信息见表2。参考2020年版《中国药典(四部)》通则0832 水分测定法^[15]₁₁₄₋₁₁₅测定水分,采用高效液相色谱(HPLC)法测定香草酸、槲皮苷的含量(按干燥品计),并计算药材炮制后的收率。收率(%) = 净制后饮片质量(g) / 药材质量(g) × 100%。结果20批砂仁(阳春砂)饮片中水分为8.0%~11.0%,收率为91.93%~99.91%,香草酸、槲皮苷的含量分别为0.019%~0.040%、0.006%~0.016%。详见表2。

2.2 标准汤剂制备与特征图谱建立

标准汤剂制备^[12,16]:取砂仁(阳春砂)饮片,捣碎,取100 g,置砂锅中,加水700 mL,浸泡30 min,过滤,取浸泡滤液,备用。采用分体式煎药壶,第1次煎煮加水900 mL,煮沸,投入浸泡后的饮片,先武火煮沸,再文火煎煮5 min,200目筛趁热过滤,滤液冷水浴冷却;第2次煎煮加浸泡滤液,先武火煮沸,再文火煎煮20 min,200目筛趁热过滤,滤液冷水浴冷却;合并2次的滤液,65℃减压(真空度为-0.08~-0.07 MPa)浓缩至相对密度为1.02~1.04,将浓缩液分装至西林瓶中,冷冻干燥,即得标准汤剂冻干粉,样品信息见表3。

特征图谱建立:根据《云南省药品监督管理局:中药配方颗粒标准》(YNPFKL-2021076,以下简称云南省省标)^[14],建立20批标准汤剂的特征图谱,将其HPLC图导入Empower 3软件(数据库版本:7.30.00.00),生成

表1 20批砂仁(阳春砂)药材样品信息

Tab.1 Information of 20 batches of Amomi Fructus (*Amomum villosum*) samples

编号	批号	基源	采集时间	采集地点
YC1	ZY - YC - 202110001	砂仁(阳春砂)	2021 - 08 - 01	云南省西双版纳傣族自治州勐腊县勐伴镇象滚塘村
YC2	ZY - YC - 202110002	砂仁(阳春砂)	2021 - 08 - 20	云南省西双版纳傣族自治州勐腊县勐伴镇象滚塘村
YC3	ZY - YC - 202110003	砂仁(阳春砂)	2021 - 09 - 10	云南省西双版纳傣族自治州勐腊县勐伴镇象滚塘村
YC4	ZY - YC - 202110004	砂仁(阳春砂)	2021 - 09 - 20	云南省西双版纳傣族自治州勐腊县勐伴镇象滚塘村
YC5	ZY - YC - 202110005	砂仁(阳春砂)	2021 - 10 - 03	云南省西双版纳傣族自治州勐腊县勐伴镇象滚塘村
YC6	ZY - YC - 202110006	砂仁(阳春砂)	2021 - 07 - 20	云南省西双版纳傣族自治州勐腊县勐伴镇上费边村
YC7	ZY - YC - 202110007	砂仁(阳春砂)	2021 - 08 - 02	云南省西双版纳傣族自治州勐腊县勐伴镇上费边村
YC8	ZY - YC - 202110008	砂仁(阳春砂)	2021 - 08 - 20	云南省西双版纳傣族自治州勐腊县勐伴镇上费边村
YC9	ZY - YC - 202110009	砂仁(阳春砂)	2021 - 09 - 10	云南省西双版纳傣族自治州勐腊县勐伴镇上费边村
YC10	ZY - YC - 202110010	砂仁(阳春砂)	2021 - 10 - 03	云南省西双版纳傣族自治州勐腊县勐伴镇上费边村
YC11	ZY - YC - 202110011	砂仁(阳春砂)	2021 - 09 - 10	云南省红河哈尼族彝族自治州金平县沙依坡乡新房子
YC12	ZY - YC - 202110012	砂仁(阳春砂)	2021 - 09 - 22	云南省红河哈尼族彝族自治州金平县金河镇三家寨
YC13	ZY - YC - 202110013	砂仁(阳春砂)	2021 - 09 - 22	云南省红河哈尼族彝族自治州金平县沙依坡乡多依树
YC14	ZY - YC - 202110014	砂仁(阳春砂)	2021 - 08 - 04	云南省红河哈尼族彝族自治州金平县大寨乡博竹箐
YC15	ZY - YC - 202110015	砂仁(阳春砂)	2021 - 08 - 24	云南省红河哈尼族彝族自治州金平县沙依坡乡下寨村
YC16	ZY - YC - 202110016	砂仁(阳春砂)	2021 - 09 - 10	云南省文山壮族苗族自治州马关县小坝镇八寨村
YC17	ZY - YC - 202110017	砂仁(阳春砂)	2021 - 09 - 22	云南省文山壮族苗族自治州马关县古林箐南溪河
YC18	ZY - YC - 202110018	砂仁(阳春砂)	2021 - 09 - 22	云南省文山壮族苗族自治州马关县小坝镇八寨村
YC19	ZY - YC - 202110019	砂仁(阳春砂)	2021 - 08 - 04	云南省文山壮族苗族自治州马关县小坝镇八寨村
YC20	ZY - YC - 202110020	砂仁(阳春砂)	2021 - 08 - 24	云南省文山壮族苗族自治州马关县小坝镇八寨村

表2 20批砂仁(阳春砂)饮片水分、收率与香草酸、槲皮苷含量测定结果(%)

Tab.2 Results of the content determination of water, paste yield, vanillic acid and quercitrin in 20 batches of Amomi Fructus (*Amomum villosum*) decoction pieces (%)

编号	批号	水分	收率	含量		编号	批号	水分	收率	含量	
				香草酸	槲皮苷					香草酸	槲皮苷
YP1	YP - 2021111801	8.5	99.57	0.037	0.008	YP11	YP - 2021111811	8.0	99.10	0.033	0.009
YP2	YP - 2021111802	10.0	99.43	0.040	0.008	YP12	YP - 2021111812	10.5	98.28	0.027	0.008
YP3	YP - 2021111803	10.0	99.70	0.036	0.008	YP13	YP - 2021111813	10.5	98.58	0.034	0.014
YP4	YP - 2021111804	10.5	99.70	0.036	0.009	YP14	YP - 2021111814	11.0	99.00	0.020	0.008
YP5	YP - 2021111805	9.5	99.81	0.039	0.008	YP15	YP - 2021111815	10.5	99.09	0.032	0.016
YP6	YP - 2021111806	10.0	95.53	0.030	0.008	YP16	YP - 2021111816	9.5	99.84	0.022	0.006
YP7	YP - 2021111807	10.0	97.91	0.030	0.009	YP17	YP - 2021111817	10.0	99.78	0.027	0.011
YP8	YP - 2021111808	10.5	91.93	0.031	0.008	YP18	YP - 2021111818	11.0	99.81	0.024	0.011
YP9	YP - 2021111809	10.5	99.28	0.034	0.009	YP19	YP - 2021111819	8.7	99.88	0.019	0.009
YP10	YP - 2021111810	8.5	99.58	0.039	0.010	YP20	YP - 2021111820	10.0	99.91	0.024	0.009

表3 20批砂仁(阳春砂)标准汤剂样品信息

Tab.3 Information of 20 batches of Amomi Fructus (*Amomum villosum*) standard decoction samples

编号	批号	编号	批号	编号	批号	编号	批号
BZTJ1	2021111801	BZTJ6	2021111806	BZTJ11	2021111811	BZTJ16	2021111816
BZTJ2	2021111802	BZTJ7	2021111807	BZTJ12	2021111812	BZTJ17	2021111817
BZTJ3	2021111803	BZTJ8	2021111808	BZTJ13	2021111813	BZTJ18	2021111818
BZTJ4	2021111804	BZTJ9	2021111809	BZTJ14	2021111814	BZTJ19	2021111819
BZTJ5	2021111805	BZTJ10	2021111810	BZTJ15	2021111815	BZTJ20	2021111820

HPLC 叠加特征图谱(图1),结果共确定4个共有峰。与标准汤剂对照特征图谱(图2)比对,指出峰2为香草酸、峰4为槲皮苷。以峰2为参照峰(S),计算共有峰的相对保留时间和相对峰面积,结果峰1、峰3的相对保留时间均在规定值的±10%内,符合要求。详见表4。

2.3 标准汤剂含量测定^[14]

2.3.1 挥发油

参考2020年版《中国药典(四部)》通则2204 挥发油测定法乙法^{[15]233}测定。

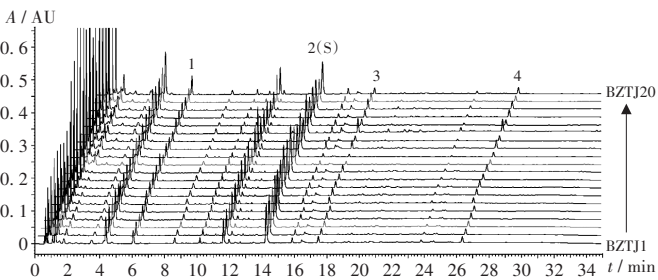


图1 20批砂仁(阳春砂)标准汤剂高效液相色谱叠加特征图谱
Fig.1 HPLC overlay characteristic chromatograms of 20 batches of Amomi Fructus (*Amomum villosum*) standard decoction samples

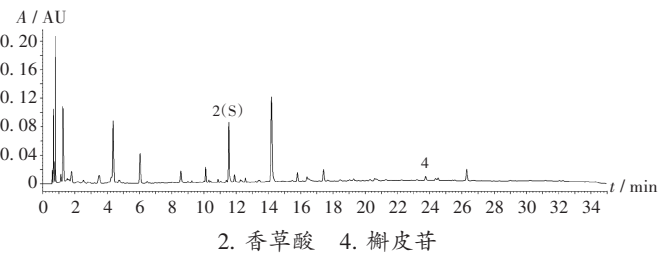


图2 标准汤剂高效液相色谱对照特征图谱
2. Vanillic acid 4. Quercetin

Fig.2 HPLC reference characteristic chromatogram of the standard decoction

2.3.2 香草酸与槲皮苷含量测定

1) 色谱条件

色谱柱: Acquity UPLC HSS T₃ C₁₈ 柱(100 mm × 2.1 mm, 1.6 μm); 流动相: 乙腈(A) - 0.1% 磷酸溶液(B), 梯度洗脱(0~6 min时 93%B → 81%B, 6~12 min时 81%B → 80%B, 12~15 min时 80%B); 流速: 0.35 mL/min; 检测波长: 260 nm; 柱温: 30 °C; 进样量: 1 μL。

2) 溶液制备

取香草酸对照品 19.10 mg, 精密称定, 置 10 mL 容量瓶中, 加甲醇溶解并定容, 摇匀, 即得香草酸对照品贮备液。再取槲皮苷对照品 23.76 mg, 置 10 mL 容量瓶中, 加甲醇溶解并定容, 摇匀, 精密吸取 3 mL, 置 10 mL 容量瓶中, 加甲醇溶解并定容, 摇匀, 即得槲皮苷对照品贮备液。取 2.2 项下标准汤剂冻干粉适量, 研细, 取约 0.5 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入 50% 甲醇 15 mL, 密塞, 称定质量, 超声处理(功率为 250 W, 频率为 40 kHz) 30 min, 放冷, 再称定质量, 用 50% 甲醇补足减失的质量, 摇匀, 过滤, 取续滤液, 即得供试品溶液。

3) 方法学考察

线性关系考察: 分别取香草酸、槲皮苷对照品贮备液各适量, 加甲醇逐级稀释成香草酸质量浓度分别为 3.82, 19.10, 57.30, 95.50, 114.60 μg/mL 及槲皮苷质量浓度分别为 1.43, 7.13, 21.38, 35.64, 42.77 μg/mL 的系列对照品溶液, 按拟订色谱条件进样测定, 以对照

表4 20批标准汤剂相对保留时间与相对峰面积的测定结果

Tab.4 Determination results of relative retention time and relative peak area of 20 batches of standard decoction

编号	峰1		峰2(S)		峰3		峰4	
	相对保留时间	相对峰面积	相对保留时间	相对峰面积	相对保留时间	相对峰面积	相对保留时间	相对峰面积
BZTJ1	0.43	0.27	1.00	1.00	1.23	0.14	1.84	0.13
BZTJ2	0.42	0.28	1.00	1.00	1.23	0.14	1.85	0.13
BZTJ3	0.43	0.28	1.00	1.00	1.23	0.13	1.85	0.14
BZTJ4	0.43	0.28	1.00	1.00	1.22	0.13	1.85	0.13
BZTJ5	0.43	0.28	1.00	1.00	1.23	0.12	1.85	0.13
BZTJ6	0.42	0.30	1.00	1.00	1.23	0.17	1.87	0.14
BZTJ7	0.42	0.31	1.00	1.00	1.23	0.18	1.87	0.15
BZTJ8	0.42	0.29	1.00	1.00	1.23	0.14	1.87	0.14
BZTJ9	0.42	0.30	1.00	1.00	1.23	0.13	1.87	0.13
BZTJ10	0.42	0.32	1.00	1.00	1.23	0.13	1.87	0.14
BZTJ11	0.42	0.23	1.00	1.00	1.23	0.08	1.86	0.12
BZTJ12	0.42	0.35	1.00	1.00	1.23	0.08	1.86	0.14
BZTJ13	0.42	0.25	1.00	1.00	1.23	0.20	1.86	0.20
BZTJ14	0.42	0.32	1.00	1.00	1.23	0.19	1.87	0.21
BZTJ15	0.42	0.28	1.00	1.00	1.23	0.30	1.87	0.26
BZTJ16	0.42	0.40	1.00	1.00	1.23	0.20	1.87	0.17
BZTJ17	0.42	0.37	1.00	1.00	1.23	0.20	1.87	0.22
BZTJ18	0.42	0.30	1.00	1.00	1.23	0.28	1.87	0.21
BZTJ19	0.42	0.43	1.00	1.00	1.23	0.33	1.87	0.22
BZTJ20	0.42	0.43	1.00	1.00	1.23	0.17	1.86	0.18
$\bar{X}$	0.42	0.31	1.00	1.00	1.23	0.17	1.86	0.16
RSD(%)	0.97	17.75	0.00	0.00	0.18	39.01	0.52	24.98

品溶液质量浓度($X, \mu\text{g/mL}$)为横坐标、峰面积(Y)为纵坐标进行线性回归, 得回归方程 $Y_{\text{香}} = 15\,448 X_{\text{香}} + 53\,559$ ($r = 0.999\,5, n = 5$) 和 $Y_{\text{槲}} = 13\,341 X_{\text{槲}} + 20\,055$ ($r = 0.999\,5, n = 5$)。结果表明, 香草酸和槲皮苷的质量浓度分别在 3.82~114.60 μg/mL、1.43~42.77 μg/mL 范围内与峰面积线性关系良好。

重复性试验: 取样品(编号为 BZTJ1) 0.5 g, 精密称定, 平行 6 份, 按拟订方法制备供试品溶液, 按拟订色谱条件进样测定, 记录峰面积, 并计算含量。结果香草酸、槲皮苷的平均含量分别为 0.181%, 0.035%, RSD 分别为 1.78%, 2.49% ($n = 6$), 表明方法重复性良好。

加样回收试验: 取同一批已知含量的样品(编号为 BZTJ1, 香草酸、槲皮苷的含量分别为 0.1810%, 0.0352%) 0.25 g, 精密称定, 平行 6 份, 分别加香草酸、槲皮苷对照品贮备液 0.20, 0.14 mL, 按拟订方法制备供试品溶液, 按拟订色谱条件进样测定。结果见表 5, 表明方法准确度良好。

表5 加样回收试验结果(n = 6)
Tab. 5 Results of the recovery test (n = 6)

取样量 (g)	样品含量(mg)		加入量(mg)		测得量(mg)		回收率(%)		$\bar{X}$ (%)		RSD(%)	
	香草酸	槲皮苷	香草酸	槲皮苷	香草酸	槲皮苷	香草酸	槲皮苷	香草酸	槲皮苷	香草酸	槲皮苷
0.250 6	0.453 6	0.088 2	0.382 0	0.099 8	0.840 0	0.187 8	101.15	99.80	99.02	101.47	2.88	2.66
0.251 0	0.454 3	0.088 4	0.382 0	0.099 8	0.816 2	0.186 7	94.74	98.50				
0.251 9	0.455 9	0.088 7	0.382 0	0.099 8	0.844 2	0.187 4	101.65	98.90				
0.253 9	0.459 6	0.089 4	0.382 0	0.099 8	0.833 1	0.193 8	97.77	104.61				
0.257 3	0.465 7	0.090 6	0.382 0	0.099 8	0.853 6	0.193 9	101.54	103.51				
0.254 2	0.460 1	0.089 5	0.382 0	0.099 8	0.831 7	0.192 8	97.28	103.51				

表6 20批砂仁(阳春砂)标准汤剂含量测定结果(%)

Tab. 6 Results of the content determination of 20 batches of Amomi Fructus (*Amomum villosum*) standard decoction samples (%)

编号	香草酸	槲皮苷	挥发油	编号	香草酸	槲皮苷	挥发油	编号	香草酸	槲皮苷	挥发油	编号	香草酸	槲皮苷	挥发油
BZTJ1	0.185	0.045	1.57	BZTJ6	0.167	0.032	1.24	BZTJ11	0.174	0.029	0.71	BZTJ16	0.135	0.032	1.19
BZTJ2	0.188	0.043	1.23	BZTJ7	0.163	0.034	1.63	BZTJ12	0.147	0.028	1.21	BZTJ17	0.142	0.043	1.64
BZTJ3	0.182	0.043	1.87	BZTJ8	0.170	0.034	1.82	BZTJ13	0.174	0.045	0.95	BZTJ18	0.140	0.042	0.95
BZTJ4	0.211	0.036	1.12	BZTJ9	0.192	0.035	1.32	BZTJ14	0.111	0.030	0.95	BZTJ19	0.111	0.033	1.04
BZTJ5	0.178	0.040	1.15	BZTJ10	0.202	0.038	1.40	BZTJ15	0.192	0.072	1.81	BZTJ20	0.153	0.037	1.51

2.3.3 样品含量测定

取2.2项下20批(编号为BZTJ1 – BZTJ20)标准汤剂样品各适量,按2.3.1项下方法测定挥发油,按2.3.2项下方法测定香草酸和槲皮苷含量(以干燥品计)。结果20批云南产砂仁(阳春砂)标准汤剂中香草酸、槲皮苷、挥发油的含量分别为0.111%~0.211%、0.028%~0.072%、0.71%~1.87%,平均含量分别为0.166%,0.039%,1.32%,符合云南省省标规定。详见表6。

2.4 量值传递关系分析

参考2020年版《中国药典(四部)》通则2201 浸出物测定法中热浸法^{[15]232}测定浸出物含量。取2.2项下20批(编号为BZTJ1 – BZTJ20)标准汤剂浓缩液各10 g,精密称定,置已恒定质量的蒸发皿中,水浴蒸干,105℃干燥3 h,置干燥器中冷却30 min,迅速精密称定,得浓缩液含固量,计算出膏率,并计算转移率。出膏率(%) = (浓缩液质量 × 浓缩液含固量) / 饮片质量 × 100%,香草酸或槲皮苷转移率(%) = 出膏率 × 标准汤剂含量 / 饮片含量 × 100%。结果20批标准汤剂的平均出膏率为13.20%,香草酸、槲皮苷的平均转移率分别为72.20%,55.50%,SD分别为1.41%,9.92%,8.39%。详见表7。

2.5 省级配方颗粒标准与标准汤剂实测结果比较

由实测结果与配方颗粒省级标准、标准汤剂标准的对比结果可知,分别有2批(编号分别为BZTJ12和BZTJ13)、2批(编号分别为BZTJ4和BZTJ10)、1批(编号为BZTJ15)标准汤剂的出膏率、香草酸及槲皮苷含量超过上限,折算至成品颗粒中,挥发油、香草酸、槲皮苷的含量均符合云南省省标要求。结果见表8。可见,云南产砂仁

(阳春砂)验证批标准汤剂的相关研究数据与原标准汤剂的研究数据基本匹配,但验证批出膏率数据略高于原研究数据,含量测定相关检测指标的低值均高于原研究数据低限;折算后配方颗粒成品的挥发油、含量低限均高于云南省省标。

3 讨论

本研究中以云南产砂仁(阳春砂)药材为原料,参照云南省省标^[14]制备验证用标准汤剂,所得汤剂的出膏率、挥发油、香草酸及槲皮苷含量等各项表征指标与该省标配套研究的标准汤剂实测数据均吻合。经折算后,成品各项检测指标均符合云南省省标限度规定。可见,以云南产砂仁(阳春砂)作为云南省砂仁配方颗粒质量标准研究及工业化生产的原料具有可行性。结合表征数据比对结果,建议适度上调云南省省标^[14]中的出膏率上限与各成分含量测定下限,以进一步提升标准质量控制的严谨度,适配云南产区优质原料的质量特性。

参考2020年版《中国药典(四部)》通则2204 挥发油测定法^{[15]232}测定砂仁(阳春砂)药材中的挥发油,主要针对种子团挥发油。但标准汤剂制备所用原料为砂仁饮片(带外壳),经粉碎后入煎,实测挥发油包含种子团与外壳两部分,故现有挥发油煎出率计算逻辑不合理。同时,标准汤剂经浓缩、干燥工序时易造成挥发油损耗,故在标准汤剂质量标准中设立挥发油含量控制项目实际意义有限。砂仁(阳春砂)配方颗粒现行云南省省标^[14]所载特征图谱方法的专属性与重复性均良好,可满足对应标准汤剂的图谱检测需求。实验室小试研究中曾考察砂仁挥发性成分的气相色谱图发现,其挥发油组分色谱特

表 7 香草酸与槲皮苷的量值传递关系分析结果

Tab. 7 Results of the quantity transfer relationship for vanillic and quercetin

编号	出膏率 (%)	香草酸含量(%)		槲皮苷含量(%)		转移率(%)		折算至成品含量(mg/g)	
		饮片	标准汤剂	饮片	标准汤剂	香草酸	槲皮苷	香草酸	槲皮苷
BZTJ1	11.49	0.037	0.185	0.008	0.045	57.45	64.63	1.06	0.26
BZTJ2	11.61	0.040	0.188	0.008	0.043	54.57	62.40	1.09	0.25
BZTJ3	12.46	0.036	0.182	0.008	0.043	62.99	66.97	1.13	0.27
BZTJ4	12.00	0.036	0.211	0.009	0.036	70.33	48.00	1.27	0.22
BZTJ5	12.62	0.039	0.178	0.008	0.040	57.60	63.10	1.12	0.25
BZTJ6	11.61	0.030	0.167	0.008	0.032	64.63	46.44	0.97	0.19
BZTJ7	13.54	0.030	0.163	0.009	0.034	73.57	51.15	1.10	0.23
BZTJ8	11.26	0.031	0.170	0.008	0.034	61.75	47.86	0.95	0.19
BZTJ9	13.60	0.034	0.192	0.009	0.035	76.80	52.89	1.31	0.24
BZTJ10	12.52	0.039	0.202	0.010	0.038	64.85	47.58	1.26	0.24
BZTJ11	14.81	0.033	0.174	0.009	0.029	78.09	47.72	1.29	0.21
BZTJ12	15.64	0.027	0.147	0.008	0.028	85.15	54.74	1.15	0.22
BZTJ13	16.37	0.034	0.174	0.014	0.045	83.78	52.62	1.42	0.37
BZTJ14	14.98	0.020	0.111	0.008	0.030	83.14	56.18	0.83	0.22
BZTJ15	13.22	0.032	0.192	0.016	0.072	79.32	59.49	1.27	0.48
BZTJ16	12.40	0.022	0.135	0.005	0.032	76.09	79.36	0.84	0.20
BZTJ17	13.68	0.027	0.142	0.011	0.043	71.95	53.48	0.97	0.29
BZTJ18	13.45	0.024	0.140	0.011	0.042	78.46	51.35	0.94	0.28
BZTJ19	13.13	0.019	0.111	0.009	0.033	76.71	48.14	0.73	0.22
BZTJ20	13.62	0.024	0.153	0.009	0.037	86.83	55.99	1.04	0.25
$\bar{X}$	13.20	0.031	0.166	0.009	0.039	72.20	55.50	1.09	0.25
SD	1.41	0.006	0.028	0.002	0.010	9.92	8.39	0.18	0.070
$\bar{X} \pm 30\%$	9.24~17.16	0.021~0.040	0.116~0.216	0.006~0.012	0.027~0.050	50.54~93.86	38.85~72.16	0.76~1.41	0.18~0.33
$\bar{X} \pm 3SD$	8.98~17.43	0.010~0.050	0.080~0.250	0.002~0.016	0.010~0.067	44.45~101.96	30.35~80.66	0.54~1.63	0.05~0.46

表 8 云南省省级配方颗粒标准与标准汤剂实测结果

Tab. 8 Comparison of the data in the Yunnan provincial formula granule standard and the detection data from the standard decoction

不同检测方法	出膏率(%)	挥发油(mL/g)	香草酸(mg/g)	槲皮苷(mg/g)
云南省省级标准 ^[14]	10~15	0.2~1.5	0.40~2.00	0.10~0.50
省级标准研究标准汤剂数据	11.33(均值)	0.43~2.56	0.05~0.20	0.03~0.06
20批标准汤剂实测数据	11.26~16.37	0.71~1.87	0.111~0.211	0.028~0.072
每100g饮片标准汤剂检测数据		0.12~0.25	15.76~30.37	3.73~9.36
折算至成品含量	11.26~16.37	0.60~1.25	0.73~1.42	0.19~0.48

征稳定。鉴于现有标准特征峰数目偏少,建议新增挥发油的特征图谱,以进一步提升标准质量的可控性。

参考文献

[1] 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,2020:376.
[2] 桂新景,范雪花,马蕊,等. 砂仁的本草考证[J]. 中药材, 2022,45(7):1762-1768.
[3] 中国科学院中国植物志编辑委员会. 中国植物志:第16卷第2分册[M]. 北京:科学出版社,1981:125.

[4] T/CACM 1021.20—2018 中药材商品规格等级 砂仁[S].
[5] 涂宇婷,李明晓,汤丽云,等. 道地阳春砂种质资源评价[J]. 天然产物研究与开发,2023,35(7):1222-1234.
[6] 云南省林业和草原局. 云南省“十四五”林草产业发展规划[EB/OL]. (2022-01-07)[2026-01-02]. https://lcj.yn.gov.cn/html/2022/fazhanguihua_0107/65062.html.
[7] 中国医学科学院药用植物研究所云南分所. 广东阳春砂引种至云南是好事 有助于种质资源的保护与种群恢复[EB/OL]. (2025-03-05)[2026-01-02]. <https://www.yn-imp-lad.ac.cn/view/medicinal/22653.html>.
[8] 陈建设,李海涛,唐德英,等. 云南阳春砂产业现状及发展对策[J]. 中国现代中药,2015,17(7):690-693.
[9] 王延谦,杨春勇,罗承彬,等. 不同产地阳春砂果实形态特征与药用成分分析[J]. 安徽农业科学,2019,47(19):186-189.
[10] 丁凝. 种好一棵药 长出千金方 云南省中药材种植面积超千万亩 综合产值达1650亿元[EB/OL]. (2024-12-24)[2026-01-02]. <http://www.yn.xinhuanet.com/20241224/b6424770e15f4862904db410d43ccf53/c.html>.
[11] 云南省农业农村厅,云南省科学技术厅,云南省卫生健康委员会,等. 云南省农业农村厅 云南省科学技术厅 云南