中图分类号：R932；R284.1；R286.0　　文献标志码：A　　文章编号：1006－4931(2025)13－0075－05
doi:10.3969/j.issn.1006－4931.2025.13.015

散丹－10味丸质量标准研究

乌云索德[1,2]，包顺茹[2,3]，娜仁图雅[1,2]，朝鲁门[1,2]，李　妍[1,2]，韩塔娜[1,2△]

（1. 内蒙古自治区药品检验研究院，内蒙古 呼和浩特　010010；　2. 内蒙古自治区中蒙药标准研究重点实验室，内蒙古 呼和浩特　010010；　3. 内蒙古自治区人民医院，内蒙古 呼和浩特　010017）

摘要：目的　提升散丹－10味丸的质量标准。**方法**　采用显微鉴别法对制剂中红花、甘草、紫草茸进行鉴别；采用薄层色谱（TLC）法对制剂中红花、甘草、檀香、胡黄连进行定性鉴别；采用高效液相色谱（HPLC）法测定羟基红花黄色素A的含量，色谱柱为Waters Symmtry C_{18}柱（250 mm×4.6 mm，5 μm），流动相为甲醇－乙腈－0.7%磷酸溶液（26∶2∶72，*V*/*V*/*V*），流速为1.0 mL/min，检测波长为403 nm，柱温为30 ℃，进样量为10 μL。**结果**　红花花粉粒、甘草晶纤维、紫草茸团块的显微特征明显。红花、甘草、檀香、胡黄连的TLC斑点显色清晰，分离度好，且阴性对照无干扰。羟基红花黄色素A的进样量在0.251 3～3.141 2 μg范围内与峰面积线性关系良好（r=1.000 0，n=6）；稳定性、重复性试验结果的*RSD*均小于2.0%；平均加样回收率为97.95%，*RSD*为1.65%（n=9）。3批样品中羟基红花黄色素A的含量分别为1.820，1.822，1.886 mg/g（n=2）。**结论**　所建立的方法操作简便、专属性强、重复性好、结果准确，可用于散丹－10味丸的质量控制。

关键词：散丹－10味丸；显微鉴别法；薄层色谱法；高效液相色谱法；质量控制

Quality Standard of Sandan－10 Pills

Wuyunsuode[1,2], BAO Shunru[2,3], Narentuya[1,2], Chaolumen[1,2], LI Yan[1,2], HAN Tana[1,2]

(1. Inner Mongolian Institute for Drug Control, Hohhot, Inner Mongolian, China 010010; 2. Inner Mongolian Key Laboratory for Standard Research of the Chinese and Mongolian Medicine, Hohhot, Inner Mongolian, China 010010; 3. Inner Mongolia Autonomous Region People's Hospital, Hohhot, Inner Mongolian, China 010017)

Abstract: Objective　To improve the quality standard of Sandan－10 Pills. **Methods**　Microscopic identification method was used to identify Carthami Flos, Glycyrrhizae Radix et Rhizoma, and shellac in the preparation. Thin－layer chromatography (TLC) method was used for the qualitative identification of Carthami Flos, Glycyrrhizae Radix et Rhizoma, Santali Albi Lignum, and Picrorhizae Rhizoma in the preparation. The content of hydroxysafflor yellow A was determined by the high－performance liquid chromatography (HPLC) method. The chromatographic column was Waters Symmtry C_{18} column (250 mm × 4.6 mm, 5 μm), the mobile phase was methanol－acetonitrile 0.7% phosphoric acid solution (26∶2∶72, *V*/*V*/*V*), the flow rate was 1.0 mL/min, the detection wavelength was 403 nm, the column temperature was 30 ℃, and the injection volume was 10 μL. **Results**　The microscopic characteristics of grains of Carthami Flos, Crystal fiber of Glycyrrhizae Radix et Rhizoma, and shellac were obvious. The TLC spots of Carthami Flos, Glycyrrhizae Radix et Rhizoma, Santali Albi Lignum, and Picrorhizae Rhizoma were clear, with good separation and no interference from the negative control. The linear range of hydroxysaffron yellow A was 0.251 3－3.141 2 μg (r=1.000 0, n=6). The *RSD*s of stability and repeatability test results were all lower than 2.0%. The average recovery of hydroxysaffron yellow A was 97.95% with an *RSD* of 1.65% (n=9). The content of hydroxysafflower yellow A in the three batches of samples was 1.820, 1.822, and 1.886 mg/g (n=2), respectively. **Conclusion**　The established method is simple and specific with good reproducibility and accurate results, which can be used for quality control of Sandan－10 Pills.

Key words: Sandan－10 Pills; microscopic identification method; TLC; HPLC; quality control

散丹－10味丸为内蒙古自治区科尔沁右翼中旗蒙医院多年临床使用且疗效较好的经典方，由檀香、红花、紫草茸、甘草、北沙参、天竺黄、葡萄干、胡黄连、木香、人工牛黄10味中药组方，具有清热解毒、宣通脉络、清肺化痰功效，临床主要用于治疗肺热咳嗽、浊痰腥臭、痰色红黄、胸肋刺痛等症。但该方的质量标准较低，仅有性状鉴别项。为更好地提升制剂质量，根据要求对医疗机构按传统工艺制备的中药制剂进行备案制管理。本研究中对原标准性状进行了修订，增加了制剂中红花、甘草、紫草茸的显微鉴别法和贵稀药檀香、胡黄连的薄层色谱（TLC）鉴别法[1－2]，并建立了测定红花中羟基红花黄色素A含量的高效液相色谱（HPLC）法[1]。现报道如下。

1　仪器与试药

1.1　仪器

DM3000型显微镜（德国Leica公司）；UltiMatae 3000型高效液相色谱仪（美国Thermo Fisher公司）；KQ－500VDV/3型超声波清洗器（昆山洁力美超声仪器有限公司，功率为300 W，频率为40 kHz）；XSR205DU/A型

第一作者：乌云索德，女，博士研究生在读，主管中药师，研究方向为中蒙药质量标准，（电子信箱）469618968@qq.com。
△**通信作者：**韩塔娜，女，大学本科，主任蒙药师，研究方向为中蒙药质量标准，（电子信箱）hantana2010@163.com。

电子天平(瑞士Mettler Toledo公司,精度为万分之一);ME5型电子天平(德国Sartorius公司,精度为百万分之一)。

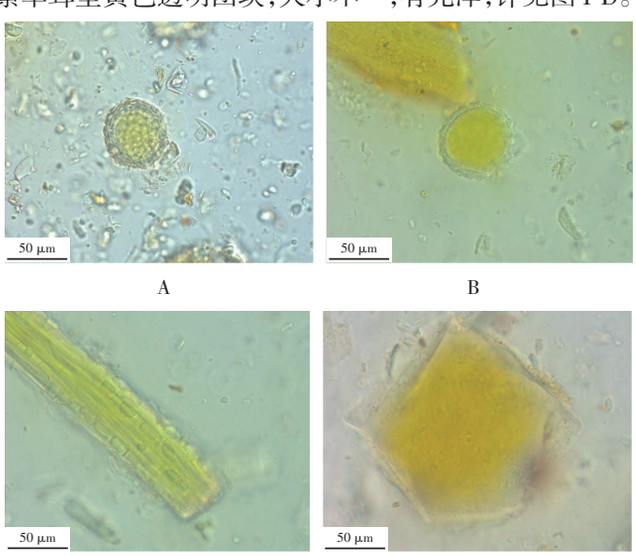
1.2 试药

散丹-10味丸(医院制剂,批号分别为20191002,20191102,20191202);檀香油对照品(批号为110789-200005),红花对照药材(批号为120907-201713),甘草对照药材(批号为120904-202021),胡黄连对照药材(批号为121073-200602),胡黄连苷Ⅰ对照品(批号为111727-201702),胡黄连苷Ⅱ对照品(批号为111596-201103),羟基红花黄色素A对照品(批号为111637-202111,含量为96.8%),均购自中国食品药品检定研究院;硅胶G薄层板、硅胶GF_{254}薄层板(青岛海洋化工有限公司);用1%氢氧化钠溶液制备的硅胶G薄层板、硅胶H薄层板(乳山市上邦新材料有限公司);其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 显微鉴别

取样品,研细,分别按粉末制片法制片,在显微镜下检视。红花花粉粒呈圆球形或椭圆形,直径约60 μm,外壁有刺,具3个萌发孔,详见图1 A、图1 B;甘草纤维束周围薄壁细胞含草酸钙方晶,形成晶纤维,详见图1 C;紫草茸呈黄色透明团块,大小不一,有光泽,详见图1 D。



A-B. 红花花粉粒 C. 甘草晶纤维 D. 紫草茸团块

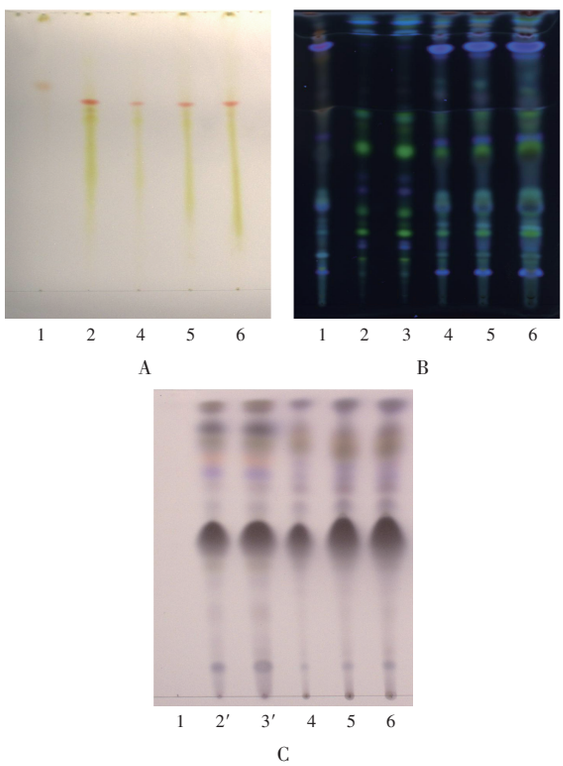
图1 散丹-10味丸显微鉴别图(×400)

A-B. Grains of Carthami Flos C. Crystal fiber of Glycyrrhizae Radix et Rhizoma D. Shellac

Fig. 1 Microscopic identification of Sandan-10 Pills (×400)

2.2 TLC鉴别

红花[3]:取样品(批号分别为20191002,20191102,20191202)粉末3 g,精密称定,加80%丙酮15 mL,振摇15 min,滤过,取滤液,作为供试品溶液。取红花对照药材0.5 g,精密称定,按供试品溶液制备方法制备对照药材溶液。取阴性样品(缺红花)2.55 g,精密称定,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[4]试验,吸取上述3种溶液各5 μL,分别点于同一硅胶H薄层板上,以乙酸乙酯-甲酸-水-甲醇(7∶2∶3∶0.4,*V*/*V*/*V*/*V*)为展开剂,展开,取出,晾干,置日光下检视。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 A。



1. 阴性对照品溶液 2-3. 对照药材溶液 2′-3′. 对照品溶液 4-6. 供试品溶液(批号分别为20191002,20191102,20191202)

A. 红花(日光) B. 甘草(365 nm) C. 檀香(日光)

图2 红花、甘草、檀香薄层色谱图

1. Negative reference solution 2. Reference medicinal material solution 2′-3′. Reference solution 4-6. Test solution(batch numbers: 20191002, 20191102, 20191202)

A. Carthami Flos (sunlight) B. Glycyrrhizae Radix et Rhizoma (365 nm) C. Santali Albi Lignum (sunlight)

Fig. 2 TLC chromatograms of Carthami Flos, Glycyrrhizae Radix et Rhizoma and Santali Albi Lignum

甘草[1]:取样品(批号分别为20191002,20191102,20191202)粉末5 g,精密称定,加乙醚40 mL,加热回流1 h,滤过,弃乙醚液,药渣加甲醇30 mL,加热回流1 h,滤过,滤液蒸干,残渣加水40 mL使溶解,用正丁醇提取3次,每次20 mL,合并正丁醇液,用水洗涤3次,弃水液,提取液蒸干,残渣加甲醇5 mL使溶解,作为供试品溶液。取甘草对照药材1 g,精密称定,按供试品溶液制备方法制备对照药材溶液。取阴性样品(缺甘草)4.5 g,

精密称定，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[4]试验，吸取上述 3 种溶液各 1 μL，分别点于同一用 1% 氢氧化钠溶液制备的硅胶 G 薄层板上，以乙酸乙酯 - 甲酸 - 冰醋酸 - 水（15∶1∶1∶2，*V* / *V* / *V* / *V*）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10% 硫酸乙醇溶液，105 ℃加热至斑点显色清晰，置紫外光灯（365 nm）下检视。供试品溶液色谱中，在与甘草对照药材溶液色谱相应位置显相同颜色的荧光斑点，且阴性对照无干扰。详见图 2 B。

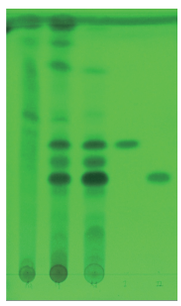
檀香[5]：取样品（批号分别为 20191002，20191102，20191202）粉末 70 g，按 2020 年版《中国药典（四部）》通则 2204　挥发油测定法测定，提取挥发油并分取油层，加乙醚 2 mL 使溶解，作为供试品溶液。取檀香油对照品适量，加乙醚制成每 1 mL 含 10 μL 的对照品溶液。取阴性样品（缺檀香）59. 5 g，按供试品溶液制备方法制备阴性对照品溶液。按 2020 年版《中国药典（四部）》通则 0502　TLC 法[4]试验，精密吸取供试品溶液和阴性对照品溶液各 2 μL、对照品溶液 5 μL，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以石油醚（60 ~ 90 ℃）- 乙酸乙酯（17∶3，*V* / *V*）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以对二甲氨基苯甲醇溶液（对二甲氨基苯甲醇 0. 25 g，溶于冰醋酸 50 g 中，加 85% 磷酸溶液 5 g 与水 20 mL，混匀），80 ~ 90 ℃加热至斑点显色清晰，置日光下检视。供试品溶液色谱中，在与檀香油对照品溶液色谱相应位置显相同紫蓝色斑点，且阴性对照无干扰。详见图 2 C。

胡黄连[6-7]：取样品（批号为 20191102）粉末 3 g，精密称定，加甲醇 10 mL，超声处理 20 min，滤过，取滤液，作为供试品溶液。取胡黄连苷Ⅰ对照品、胡黄连苷Ⅱ对照品各适量，加甲醇分别制成质量浓度为 2 mg / mL 的对照品溶液。取胡黄连对照药材 0. 3 g，精密称定，按供试品溶液制备方法制备对照药材溶液。取阴性样品（缺胡黄连）2. 7 g，精密称定，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[4]试验，吸取上述 5 种溶液各 5 μL，分别点于同一硅胶 GF_{254} 薄层板上，以水饱和乙酸乙酯为展开剂，展开（展距为 12 cm），取出，晾干，再以氯仿 - 甲醇 - 乙酸乙酯 - 甲酸（7∶3∶5∶0. 1，*V* / *V* / *V* / *V*）为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（254 nm）下检视。供试品溶液色谱中，在与胡黄连对照药材溶液色谱及胡黄连苷Ⅰ、胡黄连苷Ⅱ对照品溶液色谱相应位置均显相同颜色的斑点，且阴性对照无干扰。详见图 3。

2. 3　含量测定[8-9]

2. 3. 1　色谱条件

色谱柱：Waters Symmtry C_{18} 柱（250 mm × 4. 6 mm，5 μm）；流动相：甲醇 - 乙腈 - 0. 7% 磷酸溶液（26∶2∶72，*V* / *V* / *V*）；流速：1. 0 mL / min；检测波长：403 nm；柱温：30 ℃；进样量：10 μL。



1. 阴性对照品溶液　2. 供试品溶液（批号为 20191102）　3. 对照药材溶液　4 - 5. 对照品溶液（分别为胡黄连苷Ⅰ、胡黄连苷Ⅱ）

图 3　胡黄连薄层色谱图（254 nm）

1. Negative reference solution　2. Test solution (batch number: 20191102)　3. Reference medicinal material solution　4. Reference solution (picroside Ⅰ and picroside Ⅱ, respectively)

Fig. 3　TLC chromatogram of Picrorhizae Rhizoma (254 nm)

2. 3. 2　溶液制备

对照品溶液：取羟基红花黄色素 A 对照品 1. 3 mg，精密称定，精密加入 25% 甲醇 10 mL，制成质量浓度为 0. 13 mg / mL 的对照品溶液。

供试品溶液：取样品粉末 3. 0 g，精密称定，置锥形瓶中，精密加入 25% 甲醇 50 mL，称定质量，超声处理 30 min，放冷，再称定质量，用 25% 甲醇补足减失的质量，摇匀，滤过，即得。

阴性对照品溶液：取不含红花的阴性样品，按供试品溶液制备方法制备阴性对照品溶液。

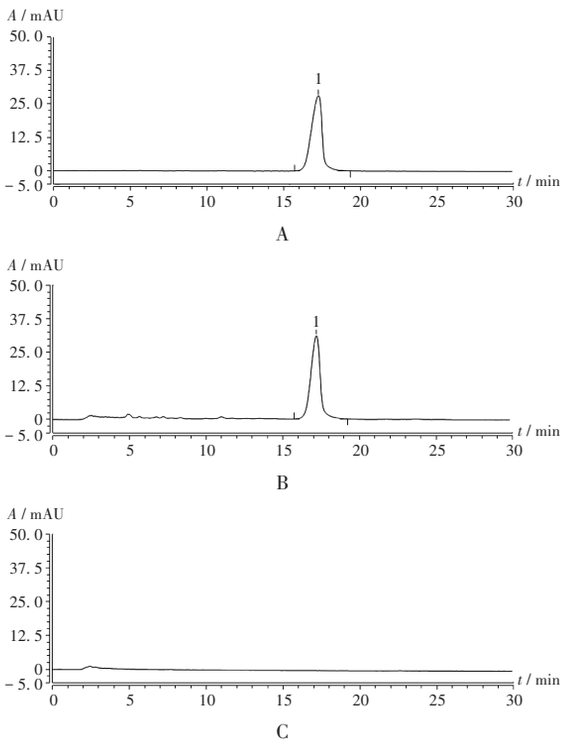
2. 3. 3　方法学考察

专属性试验：分别精密量取 2. 3. 2 项下 3 种溶液各 10 μL，按 2. 3. 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应位置有羟基红花黄色素 A 峰出现，且阴性对照无干扰，表明方法专属性良好。详见图 4。

线性关系考察：取羟基红花黄色素 A 对照品 3. 245 mg，精密称定，置 25 mL 容量瓶中，加 25% 甲醇溶解并定容，摇匀，精密量取 2，5，10，15，20，25 μL，按 2. 3. 1 项下色谱条件进样测定，以对照品溶液进样量（*X*，μg）为横坐标、峰面积（*Y*）为纵坐标进行线性回归，得回归方程 *Y* = 33. 992 *X* + 0. 126 8（*r* = 1. 000 0，*n* = 6）。结果表明，羟基红花黄色素 A 的进样量在 0. 251 3 ~ 3. 141 2 μg 范围内与峰面积线性关系良好。

重复性试验：取样品（批号为 20191102）约 3 g，精密称定，平行 6 份，按 2. 3. 2 项下方法制备供试品溶液，按 2. 3. 1 项下色谱条件进样测定，记录峰面积，并计算含量。结果平均含量为 1. 82 mg / g，*RSD* 为 1. 10%（*n* = 6），表明方法重复性良好。

稳定性试验：精密吸取 2. 3. 2 项下供试品溶液（批号



1. 羟基红花黄色素 A

A. 对照品溶液 B. 供试品溶液 C. 阴性对照品溶液

图 4 高效液相色谱图

1. Hydroxysaffron yellow A

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

Fig. 4 HPLC chromatograms

为 20191102)，分别于制备后 0，2，4，6，8，12，24 h 时按 2. 3. 1 项下色谱条件进样测定，记录峰面积。结果的 *RSD* 为 0. 06%（n = 7），表明供试品溶液放置 24 h 内稳定性良好。

加样回收试验：取已知含量的样品（批号为 20191102，含量为 1. 842 mg / g）1. 5 g，精密称定，平行 9 份，置具塞锥形瓶中，分别精密加入羟基红花黄色素 A 对照品 1. 5，3. 0，4. 5 mg，各 3 份，按 2. 3. 2 项下方法制备供试品溶液，按 2. 3. 1 项下色谱条件进样测定，记录峰面积，并计算回收率。结果见表 1。

表 1 加样回收试验结果（n = 9）

Tab. 1 Results of the recovery test（n = 9）

样品含量(mg)	加入量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)	$\bar{X}$(%)	*RSD*(%)
2. 888	1. 531	4. 405	99. 09		
2. 903	1. 560	4. 433	98. 08		
2. 885	1. 532	4. 399	98. 83		
2. 780	3. 005	5. 698	97. 10		
2. 773	2. 995	5. 754	99. 53	97. 95	1. 65
2. 745	2. 911	5. 500	94. 64		
2. 766	4. 493	7. 102	96. 51		
2. 774	4. 443	7. 140	98. 27		
2. 776	4. 452	7. 206	99. 51		

耐用性试验：取 2. 3. 2 项下供试品溶液（批号为 20191102）适量，分别采用同一台色谱仪、不同型号的色谱柱[Krmasil C_{18} 柱（250 mm × 4. 6 mm，5 μm），Waters Symmtry C_{18} 柱（250 mm × 4. 6 mm，5 μm）]进行含量测定方法的耐用性考察，结果分离效果及重复性均良好，表明方法耐用性良好。

2. 3. 4 样品含量测定

取 3 批样品（批号分别为 20191002，20191102，20191202）各适量，精密称定，按 2. 3. 2 项下方法制备供试品溶液，按 2. 3. 1 项下色谱条件连续进样测定 2 次，记录峰面积，按外标法计算样品中羟基红花黄色素 A 的含量。结果见表 2。

表 2 样品含量测定结果（n = 2）

Tab. 2 Results of the content determination of hydroxysaffron yellow A in three batches of samples（n = 2）

批号	取样量(g)	峰面积平均值	含量(mg / g)	平均含量(mg / g)
20191002	3. 002 6	35. 630 0	1. 794	1. 820
	3. 067 5	37. 474 5	1. 847	
20191102	3. 008 5	36. 119 5	1. 815	1. 822
	3. 078 5	37. 246 5	1. 829	
20191202	3. 024 5	37. 928 0	1. 896	1. 886
	3. 011 8	37. 397 0	1. 877	

3 讨论

3. 1 指标性成分选择

红花性温，味辛，具有通经散瘀、消肿止痛功效[10]，治疗冠状动脉粥样硬化性心脏病、心绞痛的效果较好[11]。红花中已分离出的化学成分有 60 多种，其中羟基红花黄色素 A 是红花的主要有效成分，常作为含量指标来控制红花的质量[12-13]。故含量测定指标性成分选择羟基红花黄色素 A。

檀香为珍贵药材，挥发油中富含大量的倍半萜类成分[14]，其入脾、胃、肺经，具有行气温中、开胃止痛功效[15]。檀香具有广泛的药理学活性，改善胃肠道功能、抗癌、抗氧化等的作用尤为显著[16]。为保证其基原及工艺稳定，以檀香油为指标性成分进行 TLC 鉴别，以控制其质量。

3. 2 检测波长选择

预试验中采用二极管阵列检测器进行全波长（200 ~ 600 nm）扫描发现，散丹 - 10 味丸中不同成分的吸收波长差异较大，在 403 nm 波长处羟基红花黄色素 A 有特征吸收，无其他明显杂质峰。故检测波长选择 403 nm。

3. 3 显微鉴别方法选择

该制剂的制备方法未对处方药味进行提取，均为原粉入药，故建立红花、甘草、紫草茸的显微鉴别方法，以有效控制部分药材的质量。

3. 4 方法评价

本研究中建立的方法操作简便、专性性强、重复性好、结果准确，可用于散丹 - 10 味丸的质量控制。

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：