中图分类号：R917；R94　　文献标志码：A　　文章编号：1006－4931(2025)14－0055－06
doi:10.3969/j.issn.1006－4931.2025.14.013

顽癣消洗剂制备工艺及质量标准研究*

施显怡，付珍映，田　炜，黄英红，钟　文，彭　宪△

（广西国际壮医医院，广西 南宁　530201）

摘要：目的　研究顽癣消洗剂的制备工艺和质量标准。**方法**　在单因素试验基础上，以浸泡时间、加水倍量、提取次数为考察因素，以干膏率和虎杖苷提取量的综合评分为评价指标，采用正交试验优选制剂提取工艺。采用单因素试验考察浓缩液相对密度确定成型工艺。采用薄层色谱（TLC）法定性鉴别制剂中虎杖、地肤子、白鲜皮和蛇床子。采用高效液相色谱法测定虎杖苷的含量，色谱柱为 ZORBAX SB－C_{18} 柱（250 mm×4.6 mm，5 μm），流动相为乙腈－0.1% 磷酸溶液（16∶84，*V*/*V*），流速为 1.0 mL/min，检测波长为 306 nm，柱温为 30 ℃，进样量为 10 μL。**结果**　最佳提取工艺为加水浸泡 0.5 h，提取 3 次，第 1 次加 10 倍量水，第 2 次和第 3 次加 8 倍量水，每次 1.0 h；最佳成型工艺为滤液浓缩至相对密度 1.05～1.10（60 ℃），阴凉处静置 24 h 后取上清液。虎杖、地肤子、白鲜皮、蛇床子的 TLC 图斑点清晰，分离度好，且阴性对照无干扰。虎杖苷质量浓度在 4.35～217.55 μg/mL 范围内与峰面积线性关系良好（R^2=1.000 0，*n*=6），精密度、稳定性、重复性试验结果的 *RSD* 均小于 2.4%，平均加样回收率为 101.81%，*RSD* 为 2.18%（*n*=6）。3 批样品中虎杖苷平均含量为 259.84 μg/mL，*RSD* 为 1.62%。**结论**　优选的提取工艺科学合理，质量标准有效可控，可用于该制剂的质量控制。暂定制剂中虎杖苷含量不得少于 207.87 μg/mL。

关键词：顽癣消洗剂；提取工艺；虎杖苷；质量标准

Study on Preparation Technology and Quality Standard of Wanxuanxiao Lotion

SHI Xianyi, FU Zhenying, TIAN Wei, HUANG Yinghong, ZHONG Wen, PENG Xian

(Guangxi International Zhuang Medicine Hospital, Nanning, Guangxi, China　530201)

Abstract: Objective　To investigate the preparation process and quality standard of Wanxianxiao Lotion. **Methods**　On the basis of single－factor experiment, the soaking time, water addition amount and number of extractions were taken as the investigation factors, and the comprehensive scores of dry extract yield and extraction amount of polydatin were taken as the evaluation indexes. The extraction process of the preparation was optimized by orthogonal test. The relative density of concentrated solution was investigated by single－factor experiment to determine the molding process. Thin layer chromatography (TLC) was used to identify Polygoni Cuspidati Rhizoma Et Radix, Kochiae Fructus, Dictamni Cortex and Cnidii Fructus. The content of polydatin was determined by high performance liquid chromatography. The chromatographic column was ZORBAX SB－C_{18} column (250 mm×4.6 mm, 5 μm), the mobile phase was acetonitrile－0.1% phosphoric acid solution (16∶84, *V*/*V*), the flow rate was 1.0 mL/min, the detection wavelength was 306 nm, the column temperature was 30 ℃ and the injection volume was 10 μL. **Results**　The optimal extraction process was as follows: soaking in water for 0.5 h, extracting three times, adding ten times the amount of water for the first time,

*基金项目：广西壮族自治区科技计划项目［桂科AB21196057］；广西壮族自治区中医药管理局自筹经费科研课题［GXZYA20240182］；广西国际壮医医院院级课题［GZ2021004］。

第一作者：施显怡，男，硕士，主管药师，研究方向为中药民族药及其制剂研发，（电子信箱）871392949@qq.com。

△通信作者：彭宪，男，硕士，主管中药师，研究方向为中药民族药及其制剂研发，（电子信箱）pengxian87@163.com。

化的探讨［J］. 食品与药品，2023，25(3)：246－251.

［8］张三妹，吴　梅，吴　飞，等. 确保盲法实施的中药安慰剂制备和评价关键问题［J］. 中草药，2022，53(21)：6919－6930.

［9］张三妹，吴　梅，吴　飞，等. 中药气味的化学成分检测及物质基础研究进展［J］. 天然产物研究与开发，2023，35(2)：332－341.

［10］于　森，代　悦，刘涛涛，等. 基于物质基础与颜色变化相关性分析的制何首乌古今炮制方法探讨［J］. 中草药，2023，54(11)：3480－3488.

［11］吴　梅. 基于数学模拟中药新药临床试验用安慰剂的方法学研究［D］. 上海：上海中医药大学，2023.

［12］冯　怡，张继全，王优杰，等. 关于中药复方新药工艺研究的思考［J］. 中国医药工业杂志，2016，47(9)：1125－1129.

［13］沈多荣，陈　汀，黄玉宇，等. 汤剂加水量参数古今应用探讨［J］. 陕西中医，2019，40(11)：1634－1637.

［14］王优杰，林　晓，沈　岚，等. 中药临方制剂生产规范与质量管理体系的思考［J］. 中国中药杂志，2024，49(3)：580－586.

［15］WU M, GUO CJ, GUO N, et al. Similarity evaluation on the compound TCM formulation "Huoling Shengji Granule" and its placebo by intelligent sensory evaluation technologies and the human sensory evaluation method based on critical quality attributes［J］. Evid Based Complement Alternat Med, 2021, 2021：6637326.

（收稿日期：2024－11－12；修回日期：2025－03－13）

adding 8 times the amount of water for the second and third times, 1.0 h each time. The optimal molding process was as follows: the filtrate was concentrated to a relative density of 1.05 - 1.10 (60 ℃), and placed in a cool place for 24 h, then the supernatant was collected. The TLC spots of Polygoni Cuspidati Rhizoma Et Radix, Kochiae Fructus, Dictamni Cortex and Cnidii Fructus were clear and well separated, and the negative control had no interference. The linear range of polydatin was 4.35 - 217.55 μg / mL (R^2 = 1.000 0, n = 6). The *RSDs* of precision, stability and repeatability tests were all lower than 2.4%. The average recovery was 101.81%, and the *RSD* was 2.18% (n = 6). The average content of polydatin in three batches of samples was 259.84 μg / mL, and the *RSD* was 1.62%. **Conclusion** The optimal extraction process is scientific and reasonable, and the quality standard is effective and controllable, which can be used for the quality control of the preparation. The content of polydatin in the provisional preparation should not be lower than 207.87 μg / mL.

Key words: Wanxianxiao Lotion; extraction process; polydatin; quality standard

皮肤病是皮肤在受外因素影响后，产生病理过程，并表现各种临床症状，种类繁多，其中在炎热潮湿的地域气候中以湿热证型为主，且病情反复，严重影响患者的身心健康。药物外洗法是临床上治疗皮肤病的常用方法，具有可直接作用于皮肤，效果明显等优势[1]。顽癣消洗剂处方在壮医药理论指导下，辨病与辨证相结合，经多年临床经验总结而成，全方由三叉苦木、虎杖、地肤子、火炭母、千里光、桑白皮、白鲜皮、苦参、蛇床子、丹参、鸡血藤、土茯苓、绵萆薢等药材组成，具有清热毒、除湿毒、祛风毒等功效，用于治疗风湿热毒蕴结为主，或兼有气血虚夹瘀所致的顽固性皮肤病。本研究中拟将其开发成洗剂，并探讨其提取工艺及质量控制标准。现报道如下。

1 仪器与材料

1.1 仪器

1260 Infinity Ⅱ型高效液相色谱（美国Agilent公司）；ME155DU型分析天平（精度为0.01 mg）、ME204型分析天平（精度为0.1 mg），均购自美国Mettler Toledo公司；JJ2000B型电子天平（常熟市双杰测试仪器厂，精度为0.01 g）；HWS-26型电热恒温水浴锅（上海齐欣科学仪器有限公司）；DHG-9145A型电热鼓风干燥箱（上海一恒科学仪器有限公司）；ZF-7N型智能暗箱式三用紫外分析仪（上海嘉鹏科技有限公司）；KH-250B型超声波清洗器（昆山禾创超声仪器有限公司）。

1.2 试药

顽癣消洗剂（广西国际壮医医院壮瑶药制剂中心，批号分别为210501、210502、210601）；蛇床子对照药材（批号为121030-201808），地肤子对照药材（批号为121148-201804），大黄素对照品（批号为110756-201913，含量96.0%），黄柏酮对照品（批号为111923-201604，含量99.7%），虎杖苷对照品（批号111575-201603，含量87.3%），均购于中国食品药品检定研究院；硅胶G板（青岛海洋化工有限公司，批号为20201203）；甲醇、乙腈均为色谱纯，其余试剂均为分析纯，水为超纯水。三叉苦木饮片（批号为20200301）、虎杖饮片（批号为20200201）、地肤子饮片（批号为20201201）、火炭母饮片（批号为20190801）、千里光饮片（批号为20201201）、桑白皮饮片（批号为20201001），白鲜皮饮片（批号为20201202）、苦参饮片（批号为20201201）、蛇床子饮片（批号为20191001）、丹参饮片（批号为20201102）、鸡血藤饮片（批号为20210101）、土茯苓饮片（批号为20210101）、绵萆薢饮片（批号为20210301）、海桐皮饮片（批号为20201101）、牡丹皮饮片（批号为20200701）均购于广西仙茱中药有限公司。

2 方法与结果

2.1 干膏率测定[2-3]

按顽癣消洗剂处方称取各药材样品150 g，加水提取，药液滤过，放冷，精密量取25 mL，置干燥至恒重的蒸发皿中，水浴蒸干，置105 ℃干燥器中干燥5 h，放冷30 min，精密称定质量；置105 ℃干燥器中干燥1 h，放冷，称定质量，直至连续2次质量差异≤5 mg，计算干膏率。干膏率=（干膏质量×药液体积）/（药材质量×取样体积）×100%。

2.2 虎杖苷提取量测定

色谱条件：色谱柱为ZORBAX SB-C_{18}柱（250 mm×4.6 mm，5 μm）；流动相为乙腈-0.1%磷酸溶液（16∶84，V / V）；流速1.0 mL / min；检测波长306 nm；柱温30 ℃；进样量10 μL。

溶液制备：取虎杖苷对照品适量，精密称定，置25 mL棕色容量瓶中，加甲醇溶解并定容，制成质量浓度为217.55 μg / mL的对照品溶液。取各药液适量，10 000 r / min离心10 min，取上清液，经0.22 μm微孔滤膜滤过，取续滤液，即得供试品溶液。

线性关系考察：取对照品溶液适量，加甲醇逐级稀释成质量浓度分别为108.78，43.51，21.76，8.70，4.35 μg / mL的系列对照品溶液，按2.2项下色谱条件进样测定，记录色谱图。以峰面积为（Y）为纵坐标、虎杖苷质量浓度（X，μg / mL）为横坐标进行线性回归，得回归方程为Y = 33.316X + 7.127 2（R^2 = 1.000 0，n = 6），结果表明，虎杖苷质量浓度在4.35～217.55 μg / mL范

围内与峰面积线性关系良好。

虎杖苷提取量计算：取供试品溶液适量，按2.2项下色谱条件进样测定，记录峰面积。并计算虎杖苷质量浓度及提取量。虎杖苷提取量(mg) =（虎杖苷质量浓度 × 药液体积）/ 1 000。

2.3 吸水率计算

称取处方量药材，加10倍量水浸泡，每隔10 min观察药材浸透情况，待药材全部浸透后，滤过，直至药渣不再滴液，称取湿药材质量，计算吸水率。吸水率 =（湿药材质量 − 干药材质量）/ 干药材质量 × 100%。结果药材平均吸水率为162.93%。提示在后续试验中，第1次加水时应加药材质量2倍量水。详见表1。

表1 吸水试验结果

Tab. 1 Results of water absorption test

试验号	干药材质量(g)	湿药材质量(g)	吸水率(%)	$\bar{X}$(%)	*RSD*(%)
1	150.03	392.67	161.73		
2	150.00	396.14	164.09	162.93	1.18
3	150.05	394.60	162.98		

2.4 提取工艺研究

单因素试验：称取处方量药材，采用水提工艺，以浸泡时间、加水倍量、提取时间、提取次数为考察因素，干膏率和虎杖苷提取量的综合评分（下同）为评价指标，进行单因素试验，试验设计见表2。综合评分 =（干膏率 / 干膏率最大值 × 0.4 + 虎杖苷提取量 / 虎杖苷提取量最大值 × 0.6）× 100[4]（下同）。当浸泡时间从0 h升至1.0 h时，综合评分逐渐升高；浸泡时间达1.0 h后，综合评分趋于平稳（见图1 A）。故浸泡时间选择0，0.5，1.0 h进行考察。当加水倍量从6倍升至10倍时，综合评分逐渐升高；加水量达10倍量后，综合评分趋于平稳（见图1 B）。故加水倍量选择6，8，10倍进行考察。当提取时间从0.5 h升至1.0 h时，综合评分略有增加，但差异不明显；提取时间达1.0 h后，综合评分趋于平稳（见图1 C）。故提取时间固定为1.0 h。当提取次数从1次增至3次时，综合评分逐渐升高；提取次数达3次后，综合评分趋于平稳（见图1 D）。故提取次数选择1次、2次、3次进行考察。

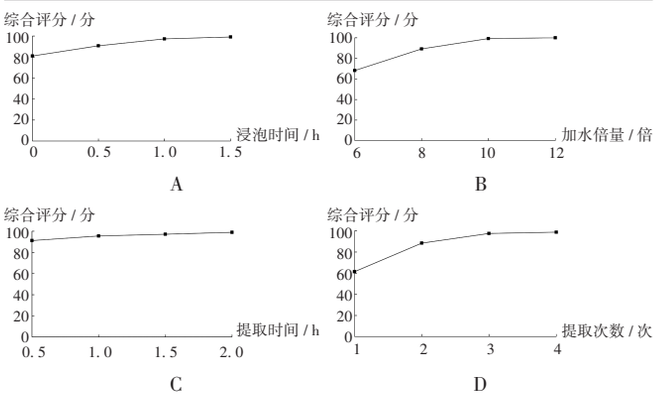
正交试验：根据单因素试验考察结果，固定提取时间为1.0 h，以浸泡时间（因素A）、加水倍量（因素B）、提取次数（因素C）为考察因素，干膏率及虎杖苷提取量的综合评分为评价指标。因素与水平见表3，试验设计及结果见表4，方差分析结果见表5。结果表明，各因素对水提工艺的影响程度依次为因素C > 因素B > 因素A，提取次数对综合评分有极显著影响（$P < 0.01$），加水倍量对综合评分有显著影响（$P < 0.05$）。结合生产实际，为节约成本、节省工时，最终确定提取工艺组合为$A_2B_2C_3$，即全方药材，加水浸泡0.5 h，提取3次，第1次加10倍量水，第2次和第3次加8倍量水，每次提取1.0 h。

工艺验证：称取处方量药材3份，按最佳提取工艺进行验证试验，计算得平均干膏率为24.71%，虎杖苷

表2 单因素试验设计

Tab. 2 Design of the single − factor experiment

因素	单因素条件	固定条件
浸泡时间	0，0.5，1.0，1.5 h	8倍量水，提取1次，提取1.0 h
加水倍量	6，8，10，12倍	浸泡0.5 h，提取1次，提取1.0 h
提取时间	0.5，1.0，1.5，2.0 h	8倍量水，浸泡0.5 h，提取1次
提取次数	1，2，3，4次	8倍量水，浸泡0.5 h，每次提取1.0 h



A. 浸泡时间 B. 加水倍量 C. 提取时间 D. 提取次数

图1 单因素试验考察结果

A. Soaking time B. Water addition amount C. Extraction time D. Number of extractions

Fig. 1 Investigation results of the single − factor experiment

表3 因素与水平

Tab. 3 Factors and levels

水平	因素A(h)	因素B(倍)	因素C(次)
1	0	6	1
2	0.5	8	2
3	1.0	10	3

表4 正交试验设计及结果

Tab. 4 Design and results of the orthogonal test

试验号	因素				干膏率(%)	虎杖苷提取量(mg)	综合评分(分)
	A	B	C	D(空白)			
1	1	1	1	1	12.79	86.86	47.23
2	1	2	2	2	20.74	136.26	75.17
3	1	3	3	3	24.87	195.52	100.00
4	2	1	2	3	19.31	114.03	66.05
5	2	2	3	1	22.75	148.10	82.04
6	2	3	1	2	16.69	112.63	61.41
7	3	1	3	2	21.93	150.50	81.46
8	3	2	1	3	15.40	97.68	54.74
9	3	3	2	1	22.66	158.32	85.03
K_1	74.13	64.91	54.46	71.43			
K_2	69.83	70.65	75.42	72.68			
K_3	73.74	82.15	87.83	73.60			
R	4.30	17.23	33.37	2.16			

表5 方差分析结果

Tab. 5 Results of variance analysis

方差来源	离差平方和	自由度	均方	*F*值	*P*值
A	33.93	2	16.97	4.80	> 0.05
B	462.07	2	231.04	65.32	< 0.05
C	1 707.14	2	853.57	241.33	< 0.01
D	7.07	2	3.54		

注：$F_{0.05}(2,2) = 19.00$；$F_{0.01}(2,2) = 99.00$。

Note: $F_{0.05}(2,2) = 19.00$; $F_{0.01}(2,2) = 99.00$.

表6 验证试验结果（$n = 3$）

Tab. 6 Results of verification test ($n = 3$)

试验号	干膏率(%)	虎杖苷提取量(mg)	综合评分(分)
1	24.81	143.45	99.16
2	25.34	141.86	99.33
3	23.98	140.62	96.67
$\overline{X}$	24.71	141.98	98.39
RSD(%)	2.77	1.00	1.52

提取量为141.98 mg，综合评分为98.39分，*RSD*均小于2.80%，说明优选的提取工艺合理、稳定、可行。详见表6。

2.5 成型工艺研究

浓缩液相对密度：采用水提取工艺，提取浓缩液静置后会产生沉淀，影响成品质量。称取处方量药材3份，按最佳提取工艺提取，滤过，滤液浓缩至不同相对密度，置阴凉处静置24 h，量取上清液体积，计算上清液得率（上清液得率 = 上清液体积 / 浓缩液体积 × 100%），并测定上清液相对密度，结果浓缩液相对密度1.05～1.10（60 ℃）易形成沉淀，且沉淀后所得上清液体积及相对密度适宜。详见表7。最终确定成型工艺为：全方药材，加水浸泡0.5 h，提取3次，第1次加10倍量水，第2次和第3次加8倍量水，每次提取1.0 h，滤过，合并滤液，浓缩至相对密度1.05～1.10（60 ℃），阴凉处静置24 h，取上清液，灌装，即得。

表7 成型工艺考察结果

Tab. 7 Investigation results of molding process

试验号	浓缩液相对密度	浓缩液体积(mL)	上清液体积(mL)	上清液得率(%)	上清液相对密度
1	1.15(60 ℃)	220	0	0	
2	1.10(60 ℃)	315	200	63.49	1.06
3	1.05(60 ℃)	450	285	63.33	1.03

中试工艺验证：根据最终确定的制备工艺，按药材处方量30倍进行3批中试生产（150 mL / 瓶）。结果中试生产成品率均≥90%，表明优选的制备工艺稳定、可行，可应用于大批量生产。结果见表8。

表8 中试生产验证结果

Tab. 8 Verification results of pilot production

批号	药材质量(kg)	浓缩液总质量(kg)	浓缩液相对密度	上清液总质量(kg)	上清液相对密度	理论产量(瓶)	实际产量(瓶)	成品率(%)
210501	30	42.05	1.07(60 ℃)	28.04	1.03	200	180	90.00
210502	30	44.26	1.06(60 ℃)	29.39	1.03	200	182	91.00
210601	30	37.40	1.09(60 ℃)	23.46	1.05	200	186	93.00

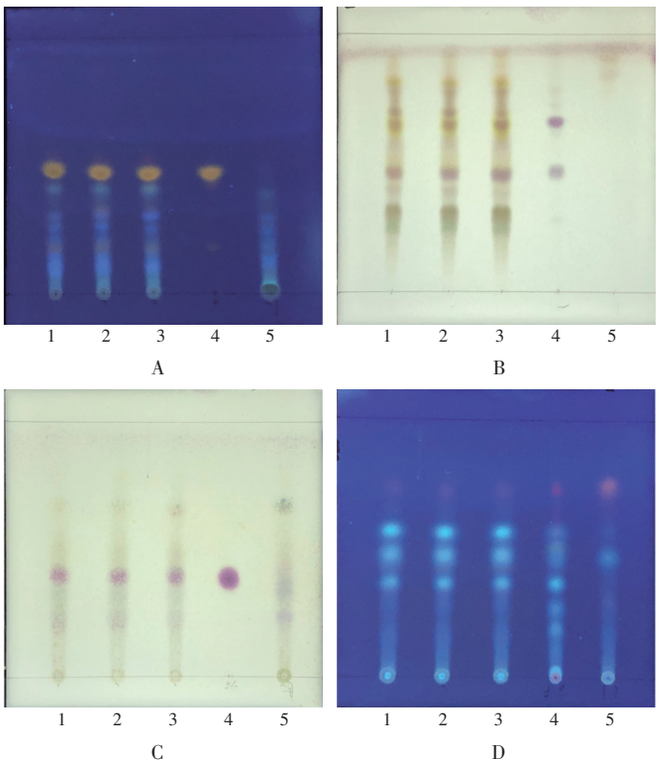
2.6 质量标准研究

2.6.1 薄层色谱（TLC）鉴别

虎杖[5-7]：取样品30 mL，乙醚萃取2次，每次20 mL，合并乙醚液，水溶液备用；取乙醚液先用5% $NaHCO_3$溶液洗涤2次，每次20 mL，再用5% Na_2CO_3溶液萃取2次，每次20 mL，乙醚液备用；合并5% Na_2CO_3溶液加稀盐酸酸调pH为4～6，用乙酸乙酯30 mL萃取，取乙酸乙酯液蒸干，残渣加甲醇1 mL溶解，即得供试品溶液。取大黄素对照品适量，加甲醇制成每1 mL含1 mg的对照品溶液。取按顽癣消洗剂处方和工艺制备缺虎杖的阴性样品，按供试品溶液制备方法制成阴性对照品溶液。按2020版《中国药典（四部）》0502薄层色谱法试验，吸取供试品溶液、阴性对照品溶液各3～5 μL，对照品溶液1～2 μL，分别点于同一硅胶G板上，以石油醚（60～90 ℃）－乙酸乙酯－甲酸（15∶5∶1，*V* / *V* / *V*）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以1%三氯化铝甲醇试液，105 ℃加热2～3 min，置紫外灯（365 nm）下检视。结果供试品溶液色谱在与对照品溶液色谱相应位置上显相同颜色荧光斑点，且阴性对照无干扰（见图2 A）。

地肤子[8]：取上述乙醚萃取后的水溶液，以水饱和正丁醇萃取2次，每次20 mL，合并正丁醇液，用氨试液洗涤2次，每次20 mL，蒸干，残渣加甲醇1 mL溶解，作为供试品溶液。取地肤子对照药材1 g，加水30 mL，回流提取30 min，滤过，取滤液，按供试品溶液制备方法制成对照药材溶液。按顽癣消洗剂处方和工艺制备缺地肤子的阴性样品，按供试品溶液制备方法制成阴性对照品溶液。按2020版《中国药典（四部）》0502薄层色谱法试验，吸取上述溶液各3～5 μL，分别点于同一硅胶G板上，以三氯甲烷－甲醇－水－甲酸（13∶7∶2∶1，*V* / *V* / *V* / *V*）的下层溶液为展开剂，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，置日光下检视。结果供试品溶液色谱在与对照药材溶液色谱相应位置上显相同颜色斑点，且阴性对照无干扰（见图2 B）。

白鲜皮[9]：取上述经5% Na_2CO_3溶液萃取后的乙醚液，用水洗涤2次，每次20 mL，乙醚液挥干，残渣加甲醇1 mL溶解，即得供试品溶液。取黄柏酮对照品适量，加甲醇制成每1 mL含1 mg的对照品溶液。按顽癣消洗剂处方和工艺制备缺白鲜皮的阴性样品，按供试品溶液制备方法制成阴性对照品溶液。按2020版《中国药典



1 - 3. 供试品溶液 4. 对照品溶液 / 对照药材溶液 5. 阴性对照品溶液

A. 虎杖 B. 地肤子 C. 白鲜皮 D. 蛇床子

图 2 薄层色谱图

1 - 3. Test solution 4. Reference solution / Reference medicinal material solution 5. Negative reference solution

A. Polygoni Cuspidati Rhizoma Et Radix B. Kochiae Fructus C. Dictamni Cortex D. Cnidii Fructus

Fig. 2 TLC chromatograms

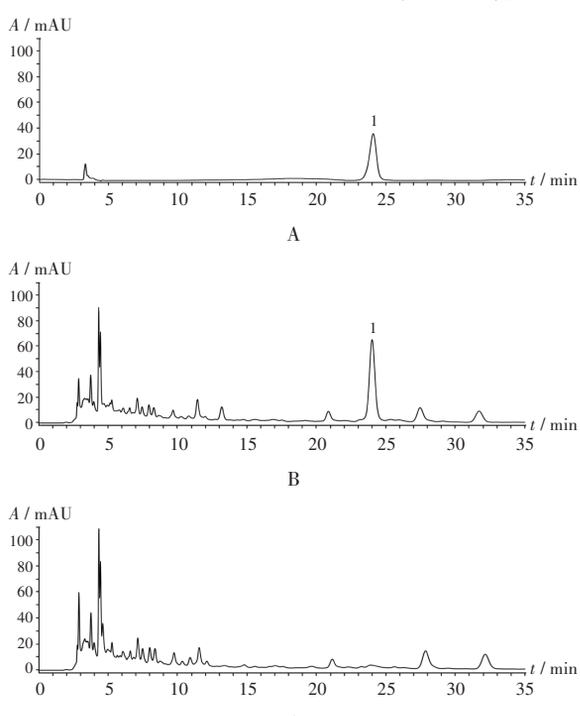
(四部)》0502 薄层色谱法试验,吸取供试品溶液、阴性对照品溶液各 8 ~ 10 μL,对照品溶液 3 ~ 5 μL,分别点于同一硅胶 G 板上,以石油醚(60 ~ 90 ℃) - 乙酸乙酯(11∶9,*V* / *V*)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以含 2% 香草醛的 10% 硫酸乙醇溶液,置 105 ℃加热至斑点显色清晰,置日光灯下检视。结果供试品溶液色谱在与对照品溶液色谱相应位置上显相同颜色斑点,且阴性对照无干扰(见图 2 C)。

蛇床子[10-11]:取蛇床子对照药材 0. 5 g,加甲醇 30 mL,超声(功率 300 W、频率 50 kHz)处理 30 min,滤过,滤液蒸干,残渣加甲醇 1 mL 溶解,即得对照药材溶液。按顽癣消洗剂处方和工艺制备缺蛇床子的阴性样品,按供试品溶液制备方法制成阴性对照品溶液。按 2020 版《中国药典(四部)》0502 薄层色谱法试验,吸取“白鲜皮”项下供试品溶液及本项下阴性对照品溶液各 3 ~ 5 μL,本项下对照药材溶液 1 ~ 2 μL,点于同一硅胶 G 板上,以石油醚(60 ~ 90 ℃) - 乙酸乙酯(13∶7,*V* / *V*)为展开剂,展开,取出,晾干,置氨蒸气中熏 3 ~ 5 min,置紫外光灯(365 nm)下检视。结果供试品溶液色谱在与对照药材溶液色谱相应位置上显相同颜色荧光斑点,且阴性对照无干扰(见图 2 D)。

2. 6. 2 虎杖苷含量测定

溶液制备:按 2. 2 项下方法制备对照品溶液及供试品溶液。

方法学考察:1)专属性试验。取 2. 2 项下对照品溶液、供试品溶液,2. 6. 1 项下缺虎杖的阴性对照品溶液各 10 μL,按 2. 2 项下色谱条件进样测定,记录色谱图。结果虎杖苷基线分离效果良好,理论板数大于 3 000;阴性对照无干扰,表明专属性良好。详见图 3。2)线性关系考察。同 2. 2 项。3)精密度试验。取上述对照品溶液适量,按 2. 2 项下色谱条件连续进样测定 6 次,记录峰面积。结果虎杖苷峰面积的 *RSD* 为 0. 60%,表明仪器精密度良好。4)稳定性试验。取供试品(批号为 210502)溶液适量,分别于室温下放置 0,3,6,12,24 h 时按 2. 2 项下色谱条件进样测定,记录峰面积,结果虎杖苷峰面积的 *RSD* 为 1. 42%,表明供试品溶液室温下放置 24 h 基本稳定。5)重复性试验。取样品(批号为 210502)适量,按 2. 2 项下方法制备供试品溶液 6 份,按 2. 2 项下色谱条件进样测定,记录峰面积并计算含量。结果虎杖苷含量的 *RSD* 为 2. 32%,表明方法重复性良好。6)加样回收试验。取已知含量样品(批号为 210502)适量,共 6 份,分别加入



1. 虎杖苷

A. 对照品溶液 B. 供试品溶液 C. 阴性对照品溶液

图 3 高效液相色谱图

1. Polydatin

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

Fig. 3 HPLC chromatograms

表9 加样回收试验结果（$n=6$）

Tab. 9 Results of the recovery test（$n=6$）

取样量(mL)	样品含量(μg)	加入量(μg)	测得量(μg)	加样回收率(%)	$\bar{X}$(%)	*RSD*(%)
0.50	121.69	130.53	256.87	103.56	101.81	2.18
0.50	121.69	130.53	255.23	102.31		
0.50	121.69	130.53	258.24	104.61		
0.50	121.69	130.53	251.21	99.23		
0.50	121.69	130.53	254.75	101.94		
0.50	121.69	130.53	251.19	99.21		

对照品溶液，按2.2项下方法制备供试品溶液，按2.2项下色谱条件进样测定，记录峰面积，并计算加样回收率。结果见表9。

2.6.3 样品含量测定

取3批样品各适量，按2.2项下方法制备供试品溶液，按2.2项下色谱条件进样测定，记录峰面积并计算虎杖苷含量。结果3批样品中虎杖苷含量分别为260.36，255.41，263.76 μg/mL，平均含量为259.84 μg/mL，*RSD*为1.62%。本品质量标准按平均值下浮20%确定的虎杖苷含量限度，故不得少于207.87 μg/mL。

3 讨论

3.1 提取工艺评价指标选择

目前采用干膏得率与复方中某味药材的主要成分含量相结合的多指标综合评价是中药复方提取工艺优化研究中常用的评价方法[12]。本品处方以壮医药理论为指导，方中三叉苦木、虎杖、地肤子等为主药，白鲜皮、苦参、蛇床子等为帮药，土茯苓、绵萆薢为带药。其中虎杖具有利湿退黄、清热解毒的功效，虎杖苷是2020年版《中国药典（一部）》中虎杖评价指标之一[13-14]。故本研究选择干膏率和虎杖苷提取量作为本品提取工艺优化的评价指标，并将虎杖苷作为本品质量标准中含量测定的指标性成分。

3.2 TLC法鉴别方法

本研究遵循壮医药组方配伍原则，从整体出发分析本品处方主、帮、带各药味有效成分的性质，根据预试验TLC鉴别方法探讨结果，并参考2020年版《中国药典（一部）》和相关文献[5-11]方法，选择对本品所含虎杖、地肤子、白鲜皮、蛇床子进行鉴别，利用不同极性溶剂萃取和pH梯度萃取，以1份样品连续制备多药味的供试品溶液，建立了TLC鉴别方法。该方法不仅可以减少毒性有机试剂的使用，且经过方法学考察，具有专属性强、耐用性好、重复性高的特点，可用于本品4味药材的鉴别。此外，预试验中还对绵萆薢进行了鉴别，虽然供试品溶液在与对照药材溶液色谱相应位置上显相同颜色的荧光斑点，但阴性样品存在干扰，故未将绵萆薢的TLC鉴别纳入本品质量标准范畴。

3.3 流动相选择

预试验中参考了2020年版《中国药典（一部）》中虎杖中虎杖苷含量测定色谱条件，以乙腈-水（23∶77，*V*/*V*）为流动相进行洗脱，但虎杖苷色谱峰分离效果不理想，另外参考相关文献[15-16]分别以乙腈-水（16∶84，*V*/*V*）、乙腈-0.1%磷酸溶液（16∶84，*V*/*V*）为流动相进行洗脱，结果显示，以乙腈-0.1%磷酸溶液（16∶84，*V*/*V*）作为流动相洗脱时，色谱峰分离效果最优，峰形较好，故选择其作为本品虎杖苷含量测定的流动相。

综上所述，该研究优选的制备工艺科学合理，质量标准有效可控，可用于该制剂的质量控制。

参考文献

[1] 李芳梅，韦福巧，祁希希. 壮医外治法治疗皮肤病的研究进展[J]. 广西中医药大学学报，2018，21(3)：55-58.
[2] 田明鑫，倪昌荣，周洪亮，等. 昆葵保肾颗粒提取工艺优化[J]. 中成药，2023，45(12)：4066-4070.
[3] 黄庆宝，黄诗莹，陈剑平，等. 正交试验设计法优选六高康颗粒水提工艺[J]. 中国药业，2020，29(7)：74-77.
[4] 张淑玲，刘文文，孟令军，等. $L_{18}(3^4)$正交试验法优选健脾益气膏提取工艺[J]. 中国药业，2024，33(22)：55-58.
[5] 张明子，具善姬，韩映晨. 薄层色谱法鉴别参芪心肌康合剂[J]. 中国药业，2012，21(4)：30.
[6] 付宝慧. 利用pH梯度萃取法提取中药大黄中的游离蒽醌组分[J]. 科技风，2019，(16)：182.
[7] 廖 娴，王雅文，黄月纯，等. 复方黄槐灌肠剂质量标准[J]. 医药导报，2020，39(7)：995-999.
[8] 肖丽丽，潘 磊. 十味止痒洗剂的质量标准研究[J]. 药品评价，2020，17(21)：13-15.
[9] 张灼锐，郑立鸿，李素梅，等. 养血润燥丸质量标准的研究[J]. 广东药学院学报，2014，30(3)：332-336.
[10] 薛敏菲，雷凯君，吴舜芳，等. 清湿外洗汤质量控制研究[J]. 中国药业，2017，26(11)：9-12.
[11] 李德林，张子侠. 乌三金洗剂质量标准研究[J]. 中国民族民间医药，2021，30(24)：35-40.
[12] 杨 园，罗 舒，宋 怡，等. 中药提取及澄清工艺优化指标选择的研究进展[J]. 四川农业科技，2024(4)：78-82.
[13] 陈白烨，林 博，王学明. 虎杖苷对脂多糖介导的皮肤成纤维细胞损伤的保护作用[J]. 国际医药卫生导报，2021，27(21)：3289-3292.
[14] 陈白烨，陈敏健，王学明，等. 虎杖苷对脂多糖介导的皮肤成纤维细胞焦亡的影响[J]. 国际医药卫生导报，2021，27(20)：3186-3188.
[15] 李新建，龙立慧，王 亮，等. 金钱胆通颗粒薄层鉴别及虎杖苷含量测定研究[J]. 贵阳中医学院学报，2019，41(4)：19-22.
[16] 彭政忠，唐靖雯，潘 梅，等. 金钱胆通颗粒质量标准提升研究[J]. 中国民族民间医药，2021，30(20)：36-40.

（收稿日期：2024-11-05；修回日期：2025-03-05）