

[18] 赵玉升, 赵金莉, 刘楚好, 等. 黄芩炭止血作用与吸附力的相关性研究[J]. 云南中医中药杂志, 2020, 41(7): 72-76.

[19] 王 娜, 卫向龙, 李 娴. 生地黄、生地黄炭吸附力的测定比较[J]. 中华中医药学刊, 2013, 31(1): 41-42.

[20] 娄素卉, 张晓川, 聂安政, 等. 榆栲止血颗粒改善大鼠功能失调性子宫出血机制研究[J]. 中医研究, 2023, 36(12): 81-84.

[21] 李 晶, 赵菲菲, 李 靖, 等. 白及非多糖成分 *militarine* 的止血作用及其机制研究[J]. 天然产物研究与开发, 2024, 36(12): 2024-2030.

[22] 王 珺, 郎海燕, 周佳丽, 等. 加味四君子汤通过影响 5-羟色胺及其受体对斑马鱼肠道出血模型的止血效应及其机制探讨[J]. 北京中医药大学学报, 2024, 47(4): 516-522.

UPLC-PDA 法同时测定舒肝平胃丸中 8 种成分的含量

陈 帅^{1,2}, 李舒曼¹, 张吉波³, 王慧竹^{1*}

(1. 吉林化工学院化学与制药工程学院, 吉林 吉林 132022; 2. 吉林化工学院研究生院, 吉林 吉林 132022; 3. 吉林化工学院, 吉林省化工过程优化与节能科技创新中心, 吉林 吉林 132022)

摘要: **目的** 建立 UPLC-PDA 法同时测定舒肝平胃丸中甘草苷、异甘草苷、甘草素、异甘草素、柚皮苷、橙皮苷、新橙皮苷、和厚朴酚的含量。**方法** 分析采用 ACQUITY UPLC HSS T3 色谱柱 (2.1 mm×100 mm, 1.8 μm); 流动相乙腈-0.2% 甲酸, 梯度洗脱; 体积流量 0.4 mL/min; 柱温 38 ℃; 检测波长 276、283、294、361、371 nm。**结果** 8 种成分在各自范围内线性关系良好 ($r>0.999\ 0$), 平均加样回收率 96.87%~108.46%, RSD 1.06%~1.79%。**结论** 该方法专属性强, 准确度高, 重复性好, 可用于舒肝平胃丸的质量控制。

关键词: 舒肝平胃丸; 化学成分; 含量测定; UPLC-PDA

中图分类号: R927.2 文献标志码: A 文章编号: 1001-1528(2025)10-3196-04

doi:10.3969/j.issn.1001-1528.2025.10.004

Simultaneous content determination of eight constituents in Shugan Pingwei Pills by UPLC-PDA

CHEN Shuai^{1,2}, LI Shu-man¹, ZHANG Ji-bo³, WANG Hui-zhu^{1*}

(1. School of Chemical and Pharmaceutical Engineering, Jilin Institute of Chemical Technology, Jilin 132022, China; 2. Graduate School, Jilin Institute of Chemical Technology, Jilin 132022, China; 3. Jilin Provincial Innovation Center for Chemical Process Optimization and Energy Saving Technology, Jilin Institute of Chemical Technology, Jilin 132022, China)

KEY WORDS: Shugan Pingwei Pills; chemical constituents; content determination; UPLC-PDA

舒肝平胃丸收录于 2020 年版《中国药典》一部, 具有舒肝和胃、化湿导滞作用, 临床上主要用于治疗肝胃不和、湿浊中阻所致的胸胁胀满、胃脘痞塞疼痛等症^[1-2], 由姜厚朴、陈皮、炙甘草等 7 味中药组成。方中甘草所含甘草苷、甘草素具有抗炎、保护胃黏膜等作用^[3-4], 陈皮中的柚皮苷、橙皮苷、新橙皮苷能改善消化道功能^[5], 和厚朴酚具有显著的促进胃肠动力、抗炎作用^[6-7]。

目前, 关于舒肝平胃丸的研究集中在少数成分含量测定、质量标准、药动力学方面^[2,8-12]; 2020 年版《中国药典》仅测定和厚朴酚、厚朴酚含量^[1]; 虽然有研究采用一测多评法进行多成分含量测定, 并结合化学模式识别对制剂质量进行评价^[2], 但该方法依赖于内标物和相对校正因子, 操作复杂, 并且在成分选择上存在局限性。为了弥补上述不足, 本实验选择甘草苷、异甘草苷、甘草素、异甘

收稿日期: 2025-03-24

基金项目: 吉林省教育厅“十三五”科学技术项目 (JJKH20200256KJ)

作者简介: 陈 帅 (1982—), 男, 博士, 副教授, 从事中药质量控制研究。E-mail: chenshuai@jlicet.edu.cn.

* 通信作者: 王慧竹 (1981—), 女, 博士, 副教授, 硕士生导师, 从事天然产物开发及其应用研究。E-mail: whz@jlicet.edu.cn

草素、柚皮苷、橙皮苷、新橙皮苷、和厚朴酚作为质量控制指标，它们不仅在舒肝平胃丸发挥药效的过程中具有关键作用^[13-15]，也在其质量控制中具有较强的代表性^[16-17]，再采用 UPLC-PDA 法同时测定上述 8 种成分的含量。与传统 HPLC 法相比，该方法具有更高的分离度、更短的分析时间、更少的溶剂消耗等优势^[18-19]，可为该制剂质量标准完善提供科学依据。

1 材料

1.1 仪器 ACQUITY UPLC I-CLASS 超高效液相色谱仪，配置二元溶剂管理器、样品管理器 FTN、PDA 检测器、Empower 3 软件（美国 Waters 公司）；MS105 电子分析天平（瑞士 Mettler-Toleduo 公司）；KQ5200DE 超声波清洗器（昆山市超声仪器有限公司）；SKM 调温电热套（山东鄄城华鲁电热仪器有限公司）。

1.2 试剂与药物 甘草苷（MUST-14100910，纯度 98.68%）、异甘草苷（MUST-19052501，纯度 99.31%）、甘草素（MUST-19101611，纯度 99.66%）、异甘草素（MUST-20031903，纯度 99.43%）、柚皮苷（批号 MUST-22062911，纯度 98.12%）、橙皮苷（MUST-21042811，纯度 98.88%）、新橙皮苷（MUST-22072810，纯度 98.63%）、和厚朴酚（MUST-23022119，纯度 99.37%）对照品均购于成都曼思特生物科技有限公司。舒肝平胃丸（批号 221106、230310、220314）购于内蒙古九郡药业有限责任公司。甲醇、乙腈（色谱纯，德国 Merck 公司）；甲酸（LC-MS 级，德国 Merck 公司）；水为纯化水（香港屈臣氏集团有限公司）。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 Waters Acquity UPLC HSS T3 色谱柱（100 mm×2.1 mm，1.8 μm）；流动相乙腈（A）-0.2% 甲酸（B），梯度洗脱（0~2 min，4%~5% A；2~4 min，5%~10% A；4~7 min，10%~12% A；7~14 min，12%~19% A；14~17 min，19%~23% A；17~22 min，23%~30% A；22~34 min，30%~36% A；34~40 min，36%~42% A；41~45 min，43%~90% A）；体积流量 0.4 mL/min；柱温 38℃；甘草苷、甘草素检测波长 276 nm，柚皮苷、橙皮苷、新橙皮苷检测波长 283 nm，异甘草苷检测波长 361 nm，异甘草素检测波长 371 nm，和厚朴酚检测波长 294 nm；进样量 3 μL。

2.2 对照品溶液制备 精密称取甘草素、异甘草素、甘草苷、异甘草苷、和厚朴酚对照品适量，置于 10 mL 量瓶中，甲醇超声溶解并稀释至刻度，制成质量浓度分别为 0.35、0.34、0.19、0.25、0.29 mg/mL 的贮备液；精密称取橙皮苷、柚皮苷、新橙皮苷对照品适量，置于同一 10 mL 棕色量瓶中，加入上述贮备液适量，甲醇稀释至刻度，即得（甘草苷、柚皮苷、橙皮苷、新橙皮苷、异甘草苷、甘草素、异甘草素、和厚朴酚质量浓度分别为 19、601、720、571、25、35、6.8、8.7 μg/mL）。

2.3 供试品溶液制备 取本品适量，研细，过 4 号筛，精密称取 4.0 g，置于圆底烧瓶中，加 30 mL 甲醇回流提取 1 h，过滤，滤渣加入 20 mL 甲醇，回流提取 30 min，合并 2 次滤液，定容至 50 mL，摇匀，0.22 μm 微孔滤膜过滤，取续滤液，即得。

2.4 专属性试验 取“2.2”“2.3”项下溶液及空白流动相适量，在“2.1”项色谱条件下进样测定，结果见图 1。由此可知，供试品溶液中各成分色谱峰与其他杂质峰的分离度均大于 1.5，表明该方法专属性良好。

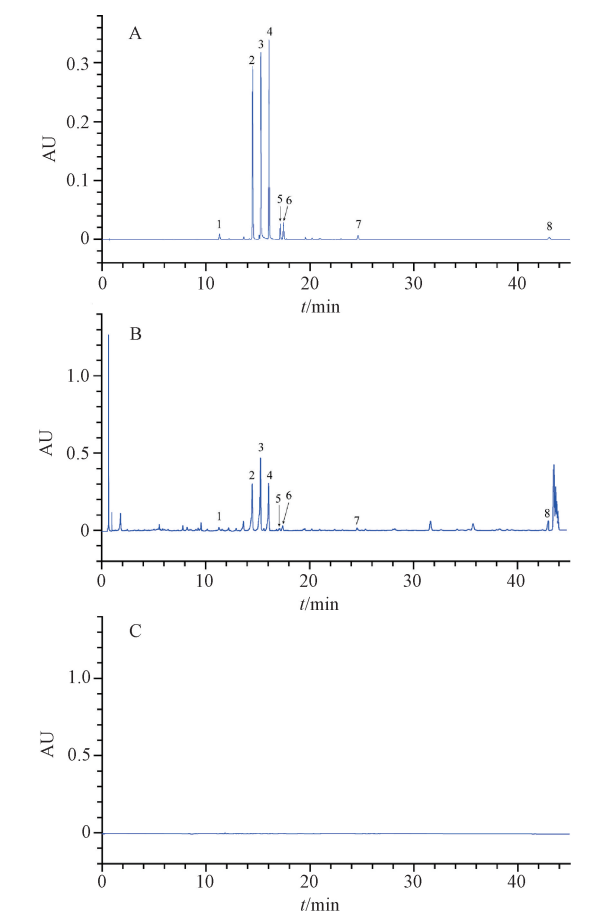
2.5 线性关系考察 精密吸取“2.2”项下对照品溶液适量，制成系列质量浓度，在“2.1”项色谱条件下进样测定。以对照品质量浓度为横坐标（X），峰面积为纵坐标（Y）进行回归，结果见表 1，可知各成分在各自范围内线性关系良好。

表 1 各成分线性关系

Tab. 1 Linear relationships of various constituents			
成分	回归方程	r	线性范围/(μg·mL ⁻¹)
甘草苷	Y=15.586X+0.511	0.999 7	0.76~7.6
柚皮苷	Y=12.943X+12.752	0.999 7	24~240
橙皮苷	Y=12.462X+56.078	0.999 7	28.8~288
新橙皮苷	Y=15.267X+16.452	0.999 7	22.8~288
异甘草苷	Y=32.496X+1.491	0.999 7	0.27~2.72
甘草素	Y=26.480X+1.214	0.999 7	1.4~14
异甘草素	Y=59.470X+0.467	0.999 7	0.27~2.72
和厚朴酚	Y=12.181X+0.754	0.999 6	0.35~3.48

2.6 精密度试验 取同一份对照品溶液，在“2.1”项色谱条件下进样测定 6 次，测得甘草苷、柚皮苷、橙皮苷、新橙皮苷、异甘草苷、甘草素、异甘草素、厚朴酚峰面积 RSD 分别为 0.81%、1.14%、0.97%、0.83%、1.24%、1.38%、0.88%、0.74%，表明仪器精密度良好。

2.7 稳定性试验 取同一份供试品溶液（批号 221106），室温下于 0、2、4、6、8、12 h 在



注：A~C 分别为对照品、供试品、空白流动相。

1. 甘草苷 2. 柚皮苷 3. 橙皮苷 4. 新橙皮苷 5. 异甘草苷
6. 甘草素 7. 异甘草素 8. 和厚朴酚

1. glycyrrhizin 2. naringin 3. hesperidin 4. neohesperidin
5. isoglycyrrhizin 6. liquiritigenin 7. isoliquiritigenin 8. magnol

图 1 各成分 UPLC 色谱图

Fig. 1 UPLC chromatograms of various constituents

表 2 各成分含量测定结果 (n=3)

Tab. 2 Results for content determination of various constituents (n=3)

成分	含量/(mg·g ⁻¹)			平均值/(mg·g ⁻¹)	RSD/%
	批号 221106	批号 230310	批号 220314		
甘草苷	0.512	0.341	0.503	0.452	17.4
柚皮苷	4.436	4.340	3.811	4.196	6.5
橙皮苷	6.740	7.296	4.350	6.129	20.9
新橙皮苷	3.865	3.734	3.392	3.664	5.4
异甘草苷	0.006	0.005	0.007	0.006	13.6
甘草素	0.157	0.222	0.038	0.139	54.8
异甘草素	0.053	0.085	0.021	0.053	49.3
和厚朴酚	0.893	0.906	0.566	0.788	20.0

醇、75%乙醇、80%甲醇、甲醇，发现甲醇对各成分具有较好的溶解性，而且杂质干扰小；在提取方式方面，本实验比较了超声和加热回流，发现后者可使各成分提取率更高，可能与温度较高而有利于其充分溶出有关。

“2.1”项色谱条件下进样测定，测得甘草苷、柚皮苷、橙皮苷、新橙皮苷、异甘草苷、甘草素、异甘草素、厚朴酚峰面积 RSD 分别为 0.73%、0.91%、1.07%、1.38%、1.11%、1.29%、1.49%、0.86%，表明溶液在 12 h 内稳定性良好。

2.8 重复性试验 取同一批药材（批号 221106）6 份，每份 4.0 g，按“2.3”项下方法制备供试品溶液，在“2.1”项色谱条件下进样测定，测得甘草苷、柚皮苷、橙皮苷、新橙皮苷、异甘草苷、甘草素、异甘草素、厚朴酚峰面积 RSD 分别为 1.13%、1.64%、1.02%、1.61%、0.45%、0.64%、1.53%、1.90%，表明该方法重复性良好。

2.9 加样回收率试验 精密称取各成分含量已知的本品（批号 221106）粉末 6 份，每份 2.0 g，精密加入适量对照品溶液，按“2.3”项下方法制备供试品溶液，在“2.1”项色谱条件下进样测定，计算回收率。结果，甘草苷、柚皮苷、橙皮苷、新橙皮苷、异甘草苷、甘草素、异甘草素、和厚朴酚平均加样回收率分别为 103.89%、104.80%、98.69%、96.87%、108.46%、97.89%、102.59%、97.11%，RSD 分别为 1.47%、1.36%、1.79%、1.52%、1.58%、1.06%、1.23%、1.78%。

2.10 样品含量测定 取 3 批样品，按“2.3”项下方法制备供试品溶液，在“2.1”项色谱条件下进样测定，计算含量，结果见表 2。

3 讨论

3.1 样品处理方法优化 参照文献 [20-21] 报道，在提取溶剂方面，本实验分别考察了 50% 乙

3.2 色谱柱筛选 参照文献 [22] 报道，本实验比较了 ACQUITY UPLC HSS T3 (1.8 μm)、ACQUITY UPLC BEH C₁₈ (1.7 μm) 色谱柱，发现前者由于其独特的端封装技术和高密度的键合相，对极性差异较大的成分具有更好的保留、分离能

力，特别是对甘草苷、异甘草苷等极性较强，显示出理想的峰形和分离度。

3.3 检测波长筛选 本实验通过对各成分进行全波长扫描，发现甘草苷和甘草素在 276 nm 处，柚皮苷、橙皮苷和新橙皮苷在 283 nm 处，异甘草苷在 361 nm 处，异甘草素在 371 nm 处，和厚朴酚在 294 nm 处均表现出较强的紫外吸收。再采用 PDA 检测器的多波长采集模式，可在各成分最佳吸收波长处进行含量测定，既保证了检测灵敏度，又避免了杂质干扰，从而提高了专属性和准确性。

4 结论

本实验建立 UPLC-PDA 法同时测定舒肝平胃丸中甘草苷、异甘草苷、甘草素、异甘草素、柚皮苷、橙皮苷、新橙皮苷、和厚朴酚的含量，该方法简便准确，分离度好，重复性强，有效弥补了现有相关质量标准的不足，可为该制剂质量控制提供科学依据。

参考文献：

[1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典：2020 年版一部[S]. 北京：中国医药科技出版社，2015.

[2] 伍国怡，杨琦程，张 森，等. 基于一测多评法及化学模式识别分析的舒肝平胃丸质量评价[J]. 时珍国医国药，2023，34(11)：2674-2679.

[3] 陈 琴，郑文惠，白海英，等. 甘草抗炎活性质量标志物筛选[J]. 中成药，2024，46(9)：2841-2850.

[4] 翟凡叶，陆婷婷. 甘草活性成分及其成方防治胃溃疡药效学机制[J]. 河南中医，2019，39(6)：951-954.

[5] 关徐涛，杨鹤年，张津铖，等. 陈皮的化学成分和药理作用研究进展[J]. 中华中医药学刊，2024，42(6)：41-49；266.

[6] 王佳俊，杨显娟，王立映，等. 黄连厚朴汤改善溃疡性结肠炎的网络药理学机制分析[J]. 中国实验方剂学杂志，2022，28(13)：217-224.

[7] 杨 珏，罗 霄，刘 芳，等. 基于网络药理学和分子对接分析厚朴治疗消化性溃疡的作用机制[J]. 中国中药杂志，2021，46(17)：4522-4530.

[8] 苏 丹. HPLC 法同时测定舒肝平胃丸中柚皮苷、橙皮苷和

新橙皮苷的含量[J]. 天津药学，2018，30(4)：12-15.

[9] 刘加宝. HPLC 法测定舒肝平胃丸中苍术素含量[J]. 亚太传统医药，2015，11(4)：40-41.

[10] 马 俊，冯端浩. LC-MS/MS 法测定舒肝平胃丸中厚朴酚在大鼠体内的血药浓度及其药动学研究[J]. 药物分析杂志，2011，31(2)：322-325.

[11] 马 俊，冯端浩，曹 红. 舒肝平胃丸中厚朴酚与和厚朴酚的含量测定[J]. 中国药业，2010，19(21)：22-23.

[12] 马 俊. 舒肝平胃丸质量标准、指纹图谱及药动学研究[D]. 保定：河北大学，2009.

[13] 王 亮，陈 帅，何艳玲，等. 金樱子 UPLC 指纹图谱建立及 6 个成分含量的同时测定[J]. 中药材，2024，47(3)：671-675.

[14] 陈 帅，王 亮，齐绒绒，等. UPLC 法同时测定罗布麻叶中 7 种成分[J]. 中成药，2020，42(12)：3211-3215.

[15] Cai J, Wen H L, Zhou H, *et al.* Naringenin: A flavanone with anti-inflammatory and anti-infective properties[J]. *Biomed Pharmacother*, 2023, 164: 114990.

[16] 郭忠会，罗 鑫，冯玉燕，等. 基于 UHPLC-Q-TOF/MS、GC-MS 陈皮化学成分分析及其治疗“痰、咳、喘”网络药理学研究[J]. 药物评价研究，2024，47(8)：1715-1734.

[17] Wahab S, Annadurai S, Abullais S S, *et al.* *Glycyrrhiza glabra* (Licorice): A comprehensive review on its phytochemistry, biological activities, clinical evidence and toxicology[J]. *Plants*, 2021, 10(12)：2751.

[18] Lee J M, Chia A Y Y. Therapeutic effects of glycyrrhizic acid[J]. *Nat Prod Commun*, 2013, 8(3)：415-418.

[19] Yang R, Yuan B C, Ma Y S, *et al.* The anti-inflammatory activity of licorice, a widely used Chinese herb[J]. *Pharm Biol*, 2017, 55(1)：5-18.

[20] Hemmer S, Manier S K, Wagmann L, *et al.* Impact of four different extraction methods and three different reconstitution solvents on the untargeted metabolomics analysis of human and rat urine samples[J]. *J Chromatogr A*, 2024, 1725: 464930.

[21] Rubio S. Twenty years of supramolecular solvents in sample preparation for chromatography: achievements and challenges ahead[J]. *Anal Bioanal Chem*, 2020, 412(24)：6037-6058.

[22] Žuvela P, Skoczylas M, Jay Liu J, *et al.* Column characterization and selection systems in reversed-phase high-performance liquid chromatography[J]. *Chem Rev*, 2019, 119(6)：3674-3729.