

# 解郁养心合剂的质量标准研究

吴雪, 方亮, 童学飞\*

十堰市中医医院药剂科, 湖北 十堰

收稿日期: 2026年2月25日; 录用日期: 2026年3月16日; 发布日期: 2026年3月27日

## 摘要

目的: 制定解郁养心合剂的质量标准。方法: 使用薄层色谱法鉴别其中的当归和白芍药材, 利用高效液相色谱法测定其中柴胡皂苷a和柴胡皂苷d的含量。色谱柱: InertSustain C18 (5  $\mu$ m, 4.6  $\times$  250 mm); 流动相: 乙腈 - 水溶液(0~25 min: 25%  $\rightarrow$  45%乙腈, 25~40 min: 45%乙腈, 40~60 min: 45%  $\rightarrow$  90%乙腈, 60~75 min: 90%乙腈); 检测波长: 210 nm; 柱温: 25 $^{\circ}$ C; 流速: 1 ml/min。结果: 制定了解郁养心合剂中当归和白芍等药材的薄层鉴别方法和柴胡皂苷a和柴胡皂苷d的含量测定方法。结论: 该分析方法目标成分无干扰、重现性好, 基本可控制解郁养心合剂的质量。

## 关键词

解郁养心合剂, 质量标准, 薄层色谱法, 高效液相色谱法

# Research on the Quality Standard of Jieyu Yangxin Mixture

Xue Wu, Liang Fang, Xuefei Tong\*

Department of Pharmacy, Shiyan Hospital of Traditional Chinese Medicine, Shiyan Hubei

Received: February 25, 2026; accepted: March 16, 2026; published: March 27, 2026

## Abstract

**Objective:** Establish the quality standard of Jieyu Yangxin Mixture. **Methods:** The *Angelica sinensis* and White Peony Root in Jieyu Yangxin Mixture were identified by TLC. High-performance liquid chromatography (HPLC) was used to determine the contents of Saikosaponin-a and Saikosaponin-d in Jieyu Yangxin Mixture. The InertSustain C18 column (5  $\mu$ m, 4.6  $\times$  250 mm) was adopted with acetonitrile-aqueous solution (0~25 min: 25%  $\rightarrow$  45% acetonitrile, 25~40 min: 45% acetonitrile, 40~60min: 45%  $\rightarrow$  90% acetonitrile, 60~75 min: 90% acetonitrile), the detection wavelength was

\*通讯作者。

210 nm, the column temperature was 25°C and the flow rate was 1 ml/min. Results: TLC of *Angelica sinensis* and White Peony Root, and HPLC of Saikosaponin-a and Saikosaponin-d in Jieyu Yangxin Mixture were made. Conclusion: This analytical method achieves target component identification free from interference, demonstrates excellent reproducibility, and effectively enables quality control of Jieyu Yangxin Mixture.

## Keywords

Jieyu Yangxin Mixture, Quality Standard, Thin Layer Chromatography, High-Performance Liquid Chromatography (HPLC)

Copyright © 2026 by author(s) and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY 4.0).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

## 1. 引言

解郁养心合剂是我院国家级名中医应用多年的经典验方，选用柴胡、当归、白芍等 18 味中药组成复方制剂，具有疏肝解郁、养心安神之功效。临床常用于治疗肝气郁结型郁病，包括抑郁症、焦虑症、失眠症等，效果显著。古代抗抑郁方剂用药呈“疏肝为主，健脾为辅，兼养血”三角结构；现代中药方剂继承创新，以疏肝、健脾等药联合组方，强化“活血通络、化痰开窍、清热除烦”配伍[1]。柴胡 - 白芍是临床治疗郁证最常用的药对之一。现代研究发现，柴胡中的柴胡皂苷、黄芩苷、槲皮素、山柰酚等活性成分可以作为治疗神经系统疾病的主要物质基础[2]，其通过调控多种信号通路和调节肠道菌群结构发挥抗抑郁的作用[3]。柴胡皂苷 a、d 是柴胡主要的皂苷类化合物及活性成分，《中华人民共和国药典》2025 年版[4]也以其含量作为质量控制的主要指标。白芍药理作用包括抗炎、抗抑郁、镇痛、保肝等。卜俊文等[5]对白芍质量标志物进行预测分析，认为白芍中的单萜及其苷类、黄酮类、鞣质类、挥发油类成分可视为衡量其质量优劣的核心指标。芍药苷作为其特征性化学成分，常用来定性识别。当归是传统的补气活血良药，现代研究表明，当归所含的多糖、有机酸和挥发油等化学成分具有抗炎、心脑血管保护、神经保护、免疫调节、降血糖、抗肿瘤等生物活性[6]。近年来，其抗抑郁药理作用及机制受到越来越多的关注。李硕等[7]基于网络药理学探讨当归药理作用机制，发现其抗抑郁作用可能是通过促进儿茶酚胺释放，增加神经递质水平以及抑制钙离子内流等途径实现。宋亚鹏[8]研究发现，当归抗抑郁作用与干预中枢系统鞘脂代谢 ASM/Cer 通路发挥神经保护作用，及抑制 NLRP3 炎症小体通路的激活降低神经炎症有关。为了更好地控制解郁养心合剂的质量，确保临床用药安全有效，促进制剂开发应用，对其质量标准进行了研究，使用薄层色谱法鉴别其中的当归和白芍药材，利用高效液相色谱法测定其中的柴胡皂苷 a 和柴胡皂苷 d 含量。

## 2. 仪器与试药

### 2.1. 仪器

岛津 LC-2030 型高效液相色谱仪(紫外检测器)、Good See-20E 薄层色谱成像系统、KQ5200DE 型数控超声波清洗器、RE-2000A 型旋转蒸发器。

### 2.2. 试药

解郁养心合剂(十堰市中医医院制剂室，批号 20250811、20250915、20251027)，当归对照药材(批号：

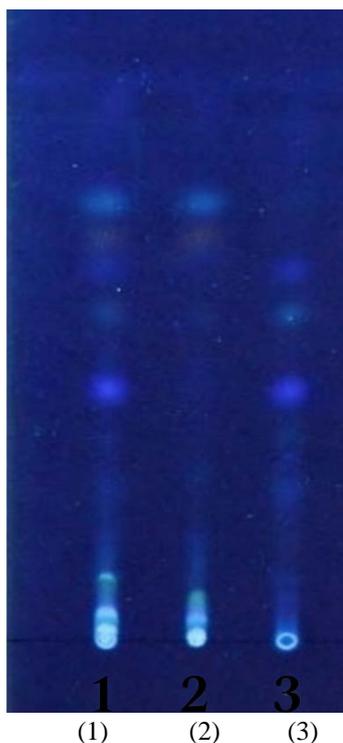
120927-201516)、芍药苷对照品(批号: 110736-202246)、柴胡皂苷 a 对照品(批号: 110777-201910)、柴胡皂苷 d 对照品(批号: 110778-201912)均购自中国药品生物制品检定所, 乙腈(色谱纯), 甲醇、乙醇、乙醚、正己烷、乙酸乙酯、正丁醇、三氯甲烷、甲酸、香草醛、硫酸均为分析纯, 纯化水、硅胶 G 板。

### 3. 方法与结果

#### 3.1. 薄层鉴别

##### 3.1.1. 当归的薄层鉴别

取本品 3 ml, 蒸干, 残渣加入甲醇 5 ml, 于水浴锅中加热溶解, 滤过, 滤液加在内径 1 cm 硅胶柱(100~200 目, 15 g)上, 用 200 ml 乙酸乙酯洗脱, 收集脱洗液, 用旋转蒸发仪蒸干, 残渣加入甲醇 1 ml 溶解, 作为供试品溶液。按处方除去当归制成阴性样品, 按供试品溶液的制备方法制得阴性对照溶液。另取当归对照药材 0.5 g, 加乙醚 20 ml, 超声处理 10 min, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加入甲醇 1 ml 溶解, 作为对照药材溶液。按照《中国药典(2025 年版)》薄层色谱法(通则 0502)试验, 吸取上述三种溶液各 10  $\mu$ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 用正己烷 - 乙酸乙酯(4:1)作展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯(365 nm)下检视。结果显示, 供试品色谱中, 在与对照药材色谱相应的位置上, 有相同颜色的斑点, 阴性对照品中无相应斑点, 提示供试品样品中含有当归, 见图 1。



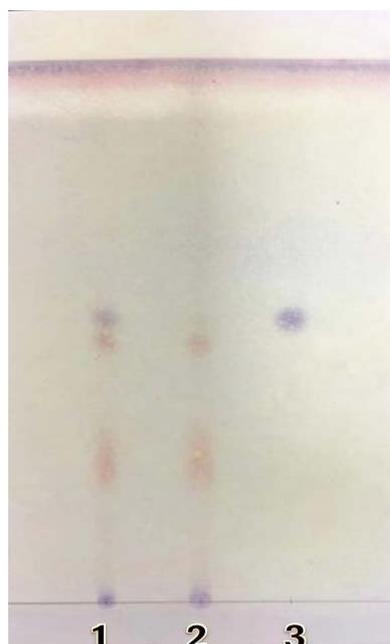
**Figure 1.** Thin-layer chromatogram for the identification of *Angelica sinensis radix* (Danggui): (1) Test sample solution; (2) Negative control solution without *Angelica sinensis Radix* (Danggui); (3) Reference herb solution of *Angelica sinensis Radix* (Danggui)

**图 1.** 当归薄层鉴别色谱图: (1) 供试品溶液; (2) 缺当归的阴性对照溶液; (3) 当归对照药材溶液

##### 3.1.2. 白芍的薄层鉴别

取本品 10 ml, 置于分液漏斗中, 用水饱和的正丁醇 30 ml 分 3 次提取, 静置分层, 合并上层正丁醇

液，蒸干，残渣加入乙醇 1 ml 溶解，作为供试品溶液。按处方除去白芍制成阴性样品，依据供试品溶液的制备方法制得阴性对照溶液。另取芍药苷对照品 1 mg，加乙醇 1 ml 溶解，制得对照品溶液。根据《中国药典(2025 年版)》薄层色谱法(通则 0502)试验，吸取上述三种溶液各 10  $\mu$ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，用三氯甲烷 - 乙酸乙酯 - 甲醇 - 甲酸(40:5:10:0.2)作展开剂，展开至同一前沿线 2 次，取出，晾干，均匀喷洒 5% 香草醛硫酸溶液，加热至斑点显色清晰。结果显示，供试品色谱的一系列斑点中，其中一点与对照品处于相同位置，且显现相同颜色，阴性对照品中无相应斑点，提示供试品样品中含有白芍，见图 2。



**Figure 2.** Thin-layer chromatogram for the identification of White Peony Root (Baishao): (1) Test sample solution; (2) Negative control solution without White Peony Root (Baishao); (3) Reference standard solution of paeoniflorin

**图 2.** 白芍薄层鉴别色谱图：(1) 供试品溶液；(2) 缺白芍的阴性对照溶液；(3) 芍药苷对照品溶液

## 3.2. 含量测定

### 3.2.1. 色谱条件

色谱柱：InertSustain C18 (5  $\mu$ m, 4.6  $\times$  250 mm)；流动相 A 为水，B 为乙腈，按下表 1 中的规定进行梯度洗脱；检测波长为 210 nm；柱温为 25 $^{\circ}$ C；流速为 1 ml/min。

**Table 1.** Concentrations of mobile phase

**表 1.** 流动相浓度

时间(分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0~25	75 $\rightarrow$ 55	25 $\rightarrow$ 45
25~40	55	45
40~60	55 $\rightarrow$ 10	45 $\rightarrow$ 90
60~75	90	90

### 3.2.2. 供试品溶液配制

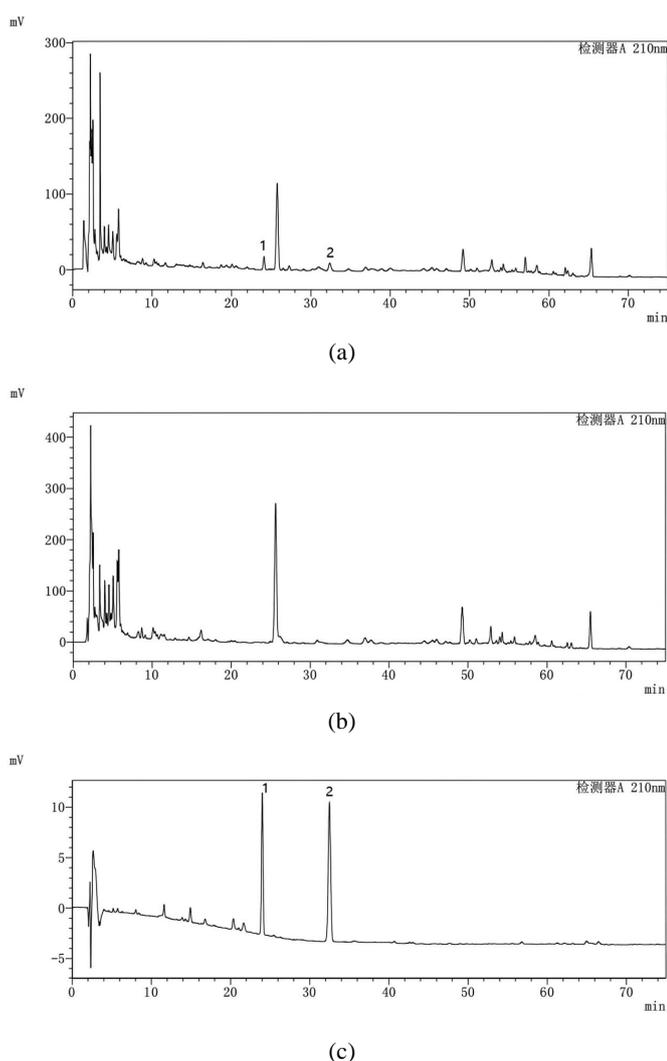
精密量取本品 5 ml 于具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 20 ml，摇匀，密封，室温静置 24 h，过滤；精密量取滤液 5 ml，再次精密加入甲醇 20 ml，摇匀，密封，室温静置 24 h，过滤，滤液蒸干；残渣用甲醇溶解后转移至 10 ml 容量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

### 3.2.3. 对照品溶液配制

精密称取柴胡皂苷 a 对照品 3.8 mg、柴胡皂苷 d 对照品 6.1 ml，置于 10 ml 容量瓶中，加甲醇 5 ml 溶解后稀释至刻度，摇匀，制得每 1 ml 含柴胡皂苷 a 0.38 mg、柴胡皂苷 d 0.61 mg 的对照品溶液。

### 3.2.4. 阴性样品溶液的制备

处方除去柴胡，按解郁养心合剂生产工艺制成阴性样品，按供试品溶液的制备方法制得阴性对照溶液。具体见图 3(a)~(c)。



**Figure 3.** HPLC chromatograms: (a) Test sample of Jieyu Yangxin Decoction; (b) Negative sample without Bupleurum; (c) Reference standards of Saikosaponins a and d

**图 3.** HPLC 图: (a) 解郁养心合剂供试品; (b) 缺柴胡阴性样品; (c) 柴胡皂苷 a 和 d 对照品

### 3.2.5. 线性关系

精密吸取每 1 ml 含柴胡皂苷 a 0.38 mg、柴胡皂苷 d 0.61mg 的对照品溶液 0.1 ml、0.2 ml、0.3 ml、0.4 ml、0.5 ml 定容到 10 ml 容量瓶中, 分别进样 10  $\mu$ l, 绘制纵坐标为对照样品峰面积 A, 横坐标为相应的对照品浓度 C 的标准曲线。柴胡皂苷 a、d 标准曲线方程分别为  $A_1 = 29.06C_1 - 3.44$ ,  $r = 0.9998$ ,  $A_2 = 35.83C_2 + 10.61$ ,  $r = 0.9999$ , 以上指标成分在线性范围内, 线性关系良好。

### 3.2.6. 精密度试验

精密吸取每 1 ml 含柴胡皂苷 a 0.38 mg、柴胡皂苷 d 0.61 mg 的对照品溶液 10  $\mu$ l, 连续进样 5 次, 结果柴胡皂苷 a、d 峰面积的 RSD 值分别为 0.7%、1.0%, 表明仪器和方法具有良好的精密度。

### 3.2.7. 重复性试验

取批号为 20250811 的样品 5 份, 制成供试液, 测定样品中柴胡皂苷 a、d 的含量, RSD 分别为 1.4%、1.1%。

### 3.2.8. 稳定性试验

将批号为 20250811 的解郁养心合剂制成供试液, 每间隔 2h 进样一次, 每次 10  $\mu$ l, 连续考察 12h, 测定柴胡皂苷 a、d 峰面积, 其 RSD 为 0.9%、1.1%。结果表明放置供试液 12h, 柴胡皂苷 a、d 含量稳定。

### 3.2.9. 加样回收率试验

精密量取不同剂量批号为 20250811 的解郁养心合剂 5 份, 分别精密加入 1 ml 浓度为柴胡皂苷 a 0.38 mg/ml、柴胡皂苷 d 0.61 mg/ml 的对照品溶液, 按供试品溶液的制备方法制得样品溶液, 测定并计算样品中柴胡皂苷 a、d 的含量及加样回收率, 结果见表 2。

Table 2. Results of the spiked recovery rate test

表 2. 加样回收率试验结果

取样量/ml	样品中柴胡皂苷 a 含量/mg	加入柴胡皂苷 a 的量/mg	测得柴胡皂苷 a 的量/mg	回收率 a/%	样品中柴胡皂苷 d 含量/mg	加入柴胡皂苷 d 的量/mg	测得柴胡皂苷 d 的量/mg	回收率 d/%	平均回收率/%	RSD/%
4	0.1562	0.3800	0.5398	100.67	0.1400	0.6100	0.7595	101.27		
5	0.1952	0.3800	0.5668	98.54	0.1750	0.6100	0.7890	100.51		
6	0.2342	0.3800	0.6193	100.83	0.2100	0.6100	0.7961	97.08	99.44	1.15
7	0.2733	0.3800	0.6528	99.92	0.2450	0.6100	0.8435	98.65		
8	0.3123	0.3800	0.6791	98.09	0.2800	0.6100	0.8797	98.84		

### 3.2.10. 样品的含量测定

取批号为 20250811、20250915、20251027 的解郁养心合剂 3 瓶, 按供试品溶液的制备方法制得供试品溶液, 按含量测定方法测得 3 批样品中柴胡皂苷 a、d 及 a+d 的含量, 结果见表 3。

Table 3. Results of determination of Saikosaponin a and d content in samples (mg/ml)

表 3. 样品中柴胡皂苷 a、d 含量测定结果(mg/ml)

批号	样品中柴胡皂苷 a 含量	样品中柴胡皂苷 d 含量	样品中柴胡皂苷 a+d 含量
20250811	0.1952	0.1750	0.3702
20250915	0.1943	0.1752	0.3695
20251027	0.1727	0.1541	0.3238

## 4. 讨论

中药合剂由处方饮片用水提取制成, 含有大量的多糖、鞣质、蛋白质等, 而对一些脂溶性成分则提取效率较低, 且在水煮的过程中挥发油类成分易随水蒸气而损失。对于当归单药的薄层鉴别, 常采用乙醚超声提取, 而对中药合剂采取乙醚萃取的方法制备供试品溶液, 薄层鉴别所需的目标成分可能富集不充分, 色谱斑点不清晰。因此, 研究经对比后采取硅胶柱洗脱的方法, 能除去大量的色素及糖类等大极性化合物, 尽可能保留鉴别所需目标成分。在洗脱剂的选择上, 对比了乙醚、乙酸乙酯两种溶剂, 乙醚洗脱时所需剂量过大且存在毒性, 乙酸乙酯洗脱剂量适中, 所得供试品溶液能满足薄层鉴别要求, 斑点清晰且干扰杂质较少。白芍薄层鉴别时, 合剂直接加入乙醇会出现大量沉淀, 可能为水煎液中的淀粉、蛋白质、色素等, 需要大量乙醇反复沉淀才能去除, 使用水饱和的正丁醇萃取制备供试品溶液, 方法简便可行。在展开后的薄层色谱图中, 与芍药苷 Rf 值相近的位置有一橙红色斑点, 使用 20 cm 长硅胶板较 10 cm 硅胶板能获得更好的分离效果, 但耗时太长, 利用 10 cm 硅胶板展开 2 次的方法, 能取得同样的分离效果且大大缩短试验时间。在柴胡皂苷含量测定供试品溶液制备时, 没有采用前述白芍供试品溶液的制备方法, 是考虑水饱和的正丁醇溶液萃取方法重复性偏差较大, 且正丁醇沸点较高不宜蒸干, 残留溶剂可能对色谱柱造成损伤, 因此采用甲醇沉淀制备供试品溶液。在色谱条件的选择时, 先尝试 0~50 min, 25%~75% 乙腈梯度洗脱, 柴胡皂苷 d 无法实现基线分离, 故减缓柴胡皂苷 d 出峰时溶液浓度变化, 最终实现良好的分离效果。综上所述, 本研究制定的解郁养心合剂中当归、白芍的薄层鉴别方法及其中柴胡皂苷 a 和 d 的含量 HPLC 测定法重现性好、分离度较高、目标成分无干扰, 可准确地进行质量控制。

鉴于中药制剂成分复杂、活性成分不明确、作用机制尚不清晰等特点, 其质量研究日益受到重视。选择适宜的质量研究方法与控制指标, 以客观表征中药质量特征, 对于指导制剂工艺筛选、实现全过程质量控制及制定科学合理的质量标准具有重要意义[9] [10], 这也会是我们未来进一步研究的目标。

## 基金项目

十堰市中医医院院内课题: 解郁养心合剂制备工艺及质量标准研究。

## 参考文献

- [1] 刘玄彦, 刘丁铭, 龙震霆, 等. 基于多源数据挖掘抗抑郁中药复方配伍规律的演变路径[J]. 中草药, 2025, 56(24): 9063-9075.
- [2] 杨淑环, 蒋鑫, 袁润达, 等. 柴胡活性成分治疗中枢神经系统的研究进展[J]. 中国实验方剂学杂志, 2026, 32(2): 325-334.
- [3] 任建萍, 弓迎宾. 柴胡化学成分及药理作用研究进展[J]. 环球中医药, 2026(2): 375-392.
- [4] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[M]. 北京: 中华医药科技出版社, 2025.
- [5] 卜俊文, 邵明国, 杨元丰, 等. 白芍研究进展及其质量标志物(Q-Marker)预测[J]. 中华中医药学刊, 2026, 1-21.
- [6] 吴娇, 张驾龙, 仝芳超, 等. 当归的化学成分、药理作用及临床应用[J]. 中医学报, 2025, 40(9): 1917-1923.
- [7] 李硕, 闫馨芝, 李响, 等. 基于网络药理学探索当归治疗抑郁症的作用机制[J]. 甘肃科技, 2022, 38(9): 125-133.
- [8] 宋亚鹏. 当归通过调控 ASM/Cer/NLRP3 通路发挥抗抑郁作用的机制研究[D]: [硕士学位论文]. 太原: 山西大学, 2024.
- [9] 顾杰, 汪祺, 赵宇新, 等. 基于中药监管科学的中药制剂质量标准研究策略与方法[J]. 中国药学杂志, 2025, 60(2): 121-129.
- [10] 李天娇, 包永睿, 王帅, 等. 中药质量控制与评价创新方法研究进展及应用[J]. 中草药, 2022, 53(20): 6319-6327.