

# 归芪益元膏提取工艺优化及质量控制方法研究

侯昕阳<sup>1</sup>, 李金田<sup>1,2</sup>, 万玲娟<sup>1</sup>, 冯晓莉<sup>1,2</sup>, 刘晓霞<sup>1</sup>, 魏舒畅<sup>1,2\*</sup> (1.甘肃中医药大学, 兰州 730000; 2.甘肃省中药制药工艺工程研究中心, 兰州 730000)

**摘要:** 目的 优化归芪益元膏的提取工艺并建立其质量控制方法。方法 采用  $L_9(3^4)$  正交试验法, 以出膏率、总多糖含量及正丁醇浸出物含量的综合评价为指标, 优化归芪益元膏提取工艺; 采用薄层色谱(TLC)法, 对煎膏剂中的黄芪、当归、枸杞子、人参进行定性鉴别; 采用 HPLC 测定方中君药黄芪的主要活性成分毛蕊异黄酮葡萄糖苷的含量; 参照中国药典 2020 年版检查其相对密度、不溶物和装量差异, 建立其质量控制方法。结果 最佳工艺为加水量 12 倍, 提取时间 4 h, 提取 2 次; TLC 鉴定结果显示色谱图斑点清晰, 分离度良好且专属性强; 毛蕊异黄酮葡萄糖苷在 0.089 6~1.344 0  $\mu\text{g}$  内线性关系良好( $r^2=0.999 4$ ), 平均回收率为 99.51%, RSD 为 2.59%( $n=9$ ); 煎膏相对密度为 1.39, 不溶物和装量差异符合中国药典 2020 年版规定。结论 优选的水提工艺科学合理, 质量标准有效可控, 可用于归芪益元膏的质量控制。

**关键词:** 提取工艺; 毛蕊异黄酮葡萄糖苷; 质量标准; 相对密度

中图分类号: R284.2

文献标志码: B

文章编号: 1007-7693(2023)21-2978-06

DOI: 10.13748/j.cnki.issn1007-7693.20223066

引用本文: 侯昕阳, 李金田, 万玲娟, 等. 归芪益元膏提取工艺优化及质量控制方法研究[J]. 中国现代应用药学, 2023, 40(21): 2978-2983.

## Study on Extraction Process Optimization and Quality Control Method of Guiqi Yiyuan Decoction

HOU Xinyang<sup>1</sup>, LI Jintian<sup>1,2</sup>, WAN Lingjuan<sup>1</sup>, FENG Xiaoli<sup>1,2</sup>, LIU Xiaoxia<sup>1</sup>, WEI Shuchang<sup>1,2\*</sup> (1. Gansu University of Traditional Chinese Medicine, Lanzhou 730000, China; 2. Gansu Province Traditional Chinese Medicine Pharmaceutical Technology Engineering Research Center, Lanzhou 730000, China)

**ABSTRACT: OBJECTIVE** To optimize the extraction process of Guiqi Yiyuan decoction and establish its quality control method. **METHODS**  $L_9(3^4)$  orthogonal test was used to optimize the extraction process of Guiqi Yiyuan decoction by using index as comprehensive evaluation of the extraction rate, total polysaccharide content and *n*-butanol extract content. Thin layer chromatography(TLC) was used to identify Astragali Radix, Angelicae Sinensis Radix, Lycii Fructus and Ginseng Radix et Rhizoma in the decoction. The content of glucoside of calycosin as the main active ingredient of Astragali Radix was determined by HPLC. The differences in relative density, insoluble matter and loading amount were checked according to the Chinese Pharmacopoeia 2020 edition, and the quality control method was established. **RESULTS** The optimum process was 12 times water, 4 h extraction time and 2 times extraction. TLC identification results showed that the chromatograms had clear spots, good separation and strong specificity. The linear range of calycosin glucoside was 0.089 6–1.344 0  $\mu\text{g}$  ( $r^2=0.999 4$ ), the average recovery was 99.51%, RSD was 2.59% ( $n=9$ ). The relative density of decoction was 1.39, and the difference of insoluble matter and loading amount was in accordance with the provisions of Chinese Pharmacopoeia 2020 edition. **CONCLUSION** The optimized water extraction process is scientific and reasonable, and the quality standard is effective and controllable, which can be used for the quality control of Guiqi Yiyuan decoction.

**KEYWORDS:** extraction process; glucoside of calycosin; quality standard; relative density

归芪益元膏是以程钟龄《医学心悟》之黄芪汤为基础经李金田教授加当归制成的煎膏剂, 由黄芪、熟地、麦冬、人参、枸杞子、五味子及当归组成, 具有固本培元、养血活血、益气滋阴之功效, 可使得“正气存内, 邪不可干”<sup>[1]</sup>, 该方经多年临床应用发现, 对辐射损伤具有较好的保护作用, 可用于接受放射治疗的患者, 适合患者在放疗期间及放疗后长期使用<sup>[2]</sup>, 为中医药预防重离

子辐射及防护旁效应损伤提供科学依据<sup>[3]</sup>。然而原汤剂虽简单有效, 但大多需要临用调配, 且口服剂量较大, 久置易发霉变质, 在患者使用、携带、贮存等过程中存在诸多不便, 因此, 本方结合患者需长期服药及用药“五方便”原则, 对汤剂进行剂型优化。煎膏剂工艺与汤剂相似, 且弥补了其不足之处, 因其在以滋补作用为主的同时, 还兼有缓和治疗作用, 药性滋润, 故将该方制成煎

基金项目: 甘肃省高等学校产业支撑引导项目(2019C-02)

作者简介: 侯昕阳, 女, 硕士生 E-mail: 1031006477@qq.com

\*通信作者: 魏舒畅, 男, 硕士, 教授, 博导 E-mail: wshch006@163.com

膏剂,无论是在患者需求还是成型工艺方面,都使其发挥最大优势。

## 1 仪器及材料

### 1.1 仪器

AL104 电子天平(梅特勒-托利多仪器有限公司); DK-98-IIA 电热恒温水浴锅(天津市泰斯特仪器有限公司); SF6-02B 电热恒温鼓风干燥箱(黄石市恒丰医疗器械有限公司); Advanced-I-06 艾柯实验室超纯水机(成都唐氏康宁科技发展有限公司); DD-5M 湘仪离心机(湘仪离心机仪器有限公司); WFH-203B 暗箱式三用紫外分析仪(上海精科实业有限公司); e2695 高效液相色谱仪(美国 Waters 公司)。

### 1.2 试剂及材料

黄芪益元膏(兰州和盛堂制药股份有限公司,批号:20200901,20200902,20200903);薄层层析缸(上海信谊医药有限公司);硅胶 G 薄层板(青岛海立信精细硅胶化工有限公司);无水葡萄糖对照品(中国药品生物制品检定所,批号:190121-201903;纯度:99.9%);黄芪对照药材、当归对照药材、枸杞子对照药材、人参皂苷 R<sub>g1</sub> 对照品(纯度以 94.3%计)、毛蕊异黄酮葡萄糖苷对照品(纯度以 97.6%计)(中国食品药品检定研究院,批号分别为 120974-201612、120927-201516、121072-201410、110703-201530、111920-201606);去离子水;其他试剂均为分析纯。

## 2 方法与结果

### 2.1 提取工艺正交试验设计

采用 L<sub>9</sub>(3<sup>4</sup>)正交试验设计,以加水量(A)、提取时间(B)、提取次数(C)为考察因素,以出膏率、正丁醇浸出物含量、总多糖含量为评价指标,因素水平见表 1。

表 1 正交试验因素与水平

Tab. 1 Factors and levels of orthogonal experiment

水平	A 加水量/倍	B 提取时间/min	C 提取次数/次	D (空白)
1	8	180	1	-
2	12	240	2	-
3	16	300	3	-

注:加水量为总加水量;提取时间为总提取时间。

Note: Amount of water added was the total amount; the extraction time was the total extraction time.

### 2.2 工艺评价指标及测定方法

**2.2.1 出膏率测定** 精密量取浓缩液 600 mL,倒入蒸发皿中浓缩,置真空干燥箱中干燥,移至干燥器中干燥 30 min 后迅速称重,计算出膏率。

**2.2.2 正丁醇浸出物含量测定**<sup>[4-7]</sup> 精密称取各试验号下的浸膏粉适量(相当于原处方药材 10 g 左右),加水 20 mL 溶解,用水饱和正丁醇萃取 6 次(每次 40 mL),合并正丁醇萃取液,将其转移至恒量蒸发皿中,挥干,将残渣置于烘箱中,105 ℃烘 3 h,迅速转移到干燥器中,待冷却至室温,精密称定,计算即得。

**2.2.3 总多糖含量测定**<sup>[8]</sup> 参照中国药典 2020 年版一部紫外分光光度法进行测定。采用苯酚-硫酸法测定总多糖含量,以葡萄糖含量计总多糖含量。

**2.2.3.1 对照品溶液制备** 称取用五氧化二磷干燥至恒重的无水葡萄糖对照品 24.65 mg 于 50 mL 量瓶中,加超纯水至刻度,制成质量浓度为 0.493 mg·mL<sup>-1</sup> 的葡萄糖对照品溶液,摇匀,即得。

**2.2.3.2 苯酚溶液制备** 称取苯酚 200 g 置烧瓶中,加铝片 0.2 g,常压加热蒸馏,收集馏分,称取此馏分 2.5 g,加蒸馏水溶解,置 50 mL 棕色量瓶中稀释至刻度,即得浓度为 5%苯酚溶液,备用。

**2.2.3.3 供试品溶液制备** 分别吸取各试验号下的留样浓缩液 16 mL,加无水乙醇使含醇量达 47%,高速离心 10 min(4 880 ×g),量取上清液加无水乙醇至含醇量达 80%,离心 10 min(4 880 ×g),弃去上清液,沉淀加纯水溶解,转移至 25 mL 量瓶中,并稀释至刻度,摇匀,即得。精密量取溶液 2 mL,置 10 mL 量瓶中,加超纯水溶至刻度,摇匀,即得各试验号下的供试品溶液。

**2.2.3.4 标准曲线绘制** 精密吸取葡萄糖对照品溶液 0.25, 0.50, 0.75, 1.00, 1.25, 1.50 mL,分别置 10 mL 量瓶中,加超纯水至刻度,摇匀,即得一系列不同浓度的葡萄糖对照品溶液。精密量取上述各溶液 1 mL,置具塞试管中,分别加 5%苯酚溶液 1 mL,摇匀,迅速加入 83.3%浓硫酸 5.0 mL,振摇 5 min,置沸水浴加热 30 min,然后置冰水浴中冷却,以相应试剂为空白。在 488 nm 波长处测定吸光度。以吸光度为纵坐标(Y),对照品溶液浓度为横坐标(X),绘制标准曲线。标准曲线方程为  $Y=5.6 \times 10^{-3}X-0.0175$  ( $r^2=0.9994$ ),说明本品在 24.65~147.90 μg·mL<sup>-1</sup> 内线性关系良好。

**2.2.3.5 供试品溶液测定** 分别精密吸取各试验号下的供试品溶液 2 mL,置具塞试管中,照“2.2.3.4”项下方法,自“加 5%苯酚溶液 1 mL”起,依法测定吸光度,计算,即得。

## 2.3 归芪益元膏的制备

准确称取处方量药材,以纯水为溶剂提取,每次加水6倍量,提取2次,每次2h,合并2次提取液并减压浓缩至比重为1.28(25℃),加入清膏量0.2%的苯甲酸混匀得清膏,将蜂蜜加热炼至中等程度后,再将浓缩好的清膏加入其中,炼至“挂旗”状态,趁热罐装于玻璃瓶、封口,即得归芪益元膏。

## 2.4 成品质量控制方法

### 2.4.1 薄层鉴别<sup>[9]</sup>

**2.4.1.1 黄芪的薄层鉴别** 称取黄芪对照药材2.0g,加6mL去离子水溶解,移至圆底烧瓶,加无水乙醇30mL,加热回流20min,冷却至室温,置离心管中离心6min(3660×g),将上清液倒入蒸发皿中水浴烘干,得残渣。将其用15mL0.3%的NaOH溶液溶解,溶液用10%的稀盐酸调节pH值至5~6,置分液漏斗中,用乙酸乙酯振荡萃取3次,每次15mL,合并上层乙酸乙酯层,用铺有适量无水硫酸钠的脱脂滤纸滤过,将滤液水浴蒸干,残渣加乙酸乙酯1mL使溶解,作为对照药材溶液。取归芪益元膏及阴性样品2.0g,同法制成供试品溶液及阴性样品溶液。吸取供试品溶液和阴性样品溶液各10μL,对照药材溶液8μL,分别点于同一硅胶G薄层板上,以三氯甲烷:甲醇(10:2)为展开剂展开,取出,晾干,于紫外灯254nm下检视。

**2.4.1.2 当归的薄层鉴别** 称取当归药材粉末0.5g,置于50mL离心管中,加入10mL纯水,超声30min,转移到离心机中离心10min(4880×g),取上清液,置分液漏斗中,用乙醚萃取3次,每次20mL,合并乙醚层(上层)至蒸发皿,在水浴锅上挥干(35℃),残渣加1mL乙醇溶解,作为对照药材溶液。称取归芪益元膏3.0g,加入100mL的离心管中,量取6倍量纯水稀释、摇匀,再加入30mL乙醚,超声30min,移至分液漏斗中静置30min,分液,取乙醚层(上层)至蒸发皿中,在水浴锅上挥干(35℃),残渣加1mL乙醇溶解,作为供试品溶液。称取当归阴性样品2.5g,同对照品制备法制成阴性样品溶液。吸取对照药材溶液、供试品溶液和阴性样品溶液各10μL,分别点于同一硅胶G薄层板上,以正己烷:乙酸乙酯(4:1)为展开剂展开,取出,晾干,于紫外灯365nm下检视。

**2.4.1.3 枸杞子的薄层鉴别** 称取枸杞子对照药

材0.5g于锥形瓶中,加35mL纯水溶解,加热煮沸15min,放冷,离心10min(3660×g)。倒出上清液,用乙酸乙酯萃取3次,每次15mL,合并乙酸乙酯层至蒸发皿中,在水浴锅上挥干(77℃),残渣加1mL乙酸乙酯溶解,作为对照药材溶液。称取归芪益元膏3.83g(相当于枸杞药材生药量0.5g)、枸杞子阴性样品3.26g,同法制成供试品溶液及阴性样品溶液。吸取对照药材溶液、供试品溶液和阴性样品溶液各5μL,分别点于同一硅胶G薄层板上,以乙酸乙酯:氯仿:甲酸(3:2:1)为展开剂展开,取出,晾干,于紫外灯365nm下检视。

**2.4.1.4 人参的薄层鉴别** 精密称取2.0mg的人参皂苷Rg<sub>1</sub>对照品,精密吸取甲醇1mL,制备成浓度为2mg·mL<sup>-1</sup>的对照品溶液。称取归芪益元膏6.5g,用6倍量水稀释,再用水饱和的正丁醇萃取3次,每次30mL,合并正丁醇提取液(上层),用25%的氨试液洗涤3次,每次20mL,取正丁醇层(上层)液体蒸干,残渣加甲醇1mL使溶解,作为供试品溶液。取制得的人参阴性样品5.5g,同供试品溶液制备法制成阴性样品溶液。吸取对照品溶液2μL、供试品溶液和阴性样品溶液各3μL,分别点于同一硅胶G薄层板上,以三氯甲烷:甲醇:水(13:7:2)为展开剂展开,取出,晾干,喷10%硫酸乙醇显色,烘箱105℃烘至斑点显色清晰,日光检视。

### 2.4.2 含量测定<sup>[10]</sup>

**2.4.2.1 色谱条件** 色谱柱:Waters Symmebry-C<sub>18</sub>(4.6mm×250mm,5μm)。流动相:乙腈(A)-0.2%甲酸水溶液(B),梯度洗脱,0~20min,乙腈20%→40%;20~30min,乙腈40%。流速:1.0mL·min<sup>-1</sup>。进样量:10μL。柱温:30℃。检测波长:260nm。

**2.4.2.2 对照品溶液制备** 精密称定毛蕊异黄酮葡萄糖苷对照品0.99mg至10mL量瓶中,加甲醇溶解,定容至刻度,即得。

**2.4.2.3 供试品溶液制备** 精密称取本品约3.0g,加8mL甲醇,超声提取40min,离心10min(4880×g),取上清液,将其转移至10mL量瓶中,定容至刻度,即得。

**2.4.2.4 阴性样品溶液制备** 精密称取不含黄芪的阴性样品约3.0g,同“2.4.2.3”项下方法制备,即得。

**2.4.2.5 标准曲线的建立** 精密吸取毛蕊异黄酮葡萄糖苷对照品溶液(0.089 6 mg·mL<sup>-1</sup>)1, 2, 5, 10, 15 μL 进样, 按“2.4.2.1”项下色谱条件, 测定其峰面积。

**2.4.3 归芪益元膏质量检查** 参照中国药典 2020 年版煎膏剂项下有关规定, 对相对密度、不溶物及装量差异进行检查。

**2.5 试验结果及分析**

**2.5.1 正交试验结果** 按照正交试验安排, 分别测定样品中正丁醇浸出物含量、总多糖含量和出膏率。以多指标综合加权评分法<sup>[11-12]</sup>[正丁醇浸出物含量(a): 总多糖含量(b): 出膏率(c)的加权系数为 0.4 : 0.4 : 0.2]进行综合评分, 正交试验及方差分析结果见表 2~3。综合评分见公式(1)。

$$(Y)=(A_i/A_{max} \times 0.4 + B_i/B_{max} \times 0.4 + C/C_{max} \times 0.2) \times 100\% \quad (1)$$

表 2 正交试验结果

Tab. 2 Results of orthogonal experiments

试验号	A	B	C	D	出膏率/正丁醇浸出物量/g %	总多糖含量/g	综合评分
1	1	1	1	1	40.75	6.82	87.90
2	1	2	2	2	41.01	7.38	94.38
3	1	3	3	3	43.02	7.36	94.51
4	2	1	2	3	40.79	7.68	97.40
5	2	2	3	1	41.02	7.65	98.91
6	2	3	1	2	42.84	7.00	94.55
7	3	1	3	2	41.97	7.50	96.93
8	3	2	1	3	41.62	6.89	92.73
9	3	3	2	1	42.65	7.48	98.37
K <sub>1</sub>	276.79	282.23	275.18	285.18			
K <sub>2</sub>	290.86	286.02	290.15	285.86			
K <sub>3</sub>	288.03	287.43	290.35	284.64			
r	14.07	5.20	15.17	1.22			

表 3 方差分析表

Tab. 3 Variance analysis table

方差来源	偏差平方和	自由度	均方	F 值	P 值
A	36.923	2	18.462	148.195	P<0.01
B	4.821	2	2.411	19.351	P<0.05
C	50.474	2	25.237	202.582	P<0.01
误差	0.249	2	0.125		

**2.5.2 验证试验** 由正交及方差分析结果可知: 因素 A(加水量)、C(提取次数)对黄芪等药材水提工艺试验结果有极显著影响; 因素 B(提取时间)对正交试验结果有显著影响, 从工厂实际大生产的情况及节约能源的角度考虑, 确定最优工艺方案为 A<sub>2</sub>B<sub>2</sub>C<sub>2</sub>, 即加水 12 倍, 提取 240 min, 提取 2 次。

由验证试验可知: 筛选出的黄芪等药材水提工艺稳定可靠、重现性好, 结果见表 4。

表 4 黄芪等药材水提工艺验证结果

Tab. 4 Validation results of water extraction process of Astragali Radix and other medicinal materials

方案	试验号	出膏率/%	正丁醇浸出物含量/g	总多糖含量/g
	1	41.54	7.54	13.53
	2	41.98	7.89	13.35
A <sub>2</sub> B <sub>2</sub> C <sub>2</sub>	3	40.18	7.63	12.97
	4	41.47	7.91	13.84
	5	40.19	7.87	12.89
RSD/%		2.03	2.20	2.96

**2.5.3 薄层鉴定结果** 薄层鉴定结果显示, 供试品色谱中, 在与对照品及对照药材色谱相应位置上, 显相同颜色荧光斑点, 阴性样品无干扰。结果见图 1。

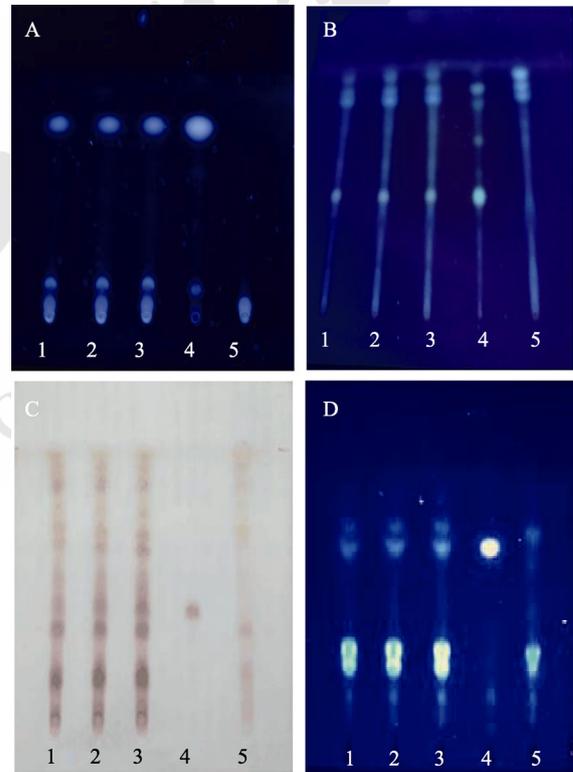


图 1 薄层色谱图

A-当归; B-黄芪; C-人参; D-枸杞子。1, 2, 3-供试品; 4-对照品(对照药材); 5-阴性样品。

Fig. 1 Thin layer chromatography

A-Angelicae Sinensis Radix; B-Astragali Radix; C-Ginseng Radix Et Rhizoma; D-Lycii Fructus; 1, 2, 3-test substance; 4-reference substance (control medicinal material); 5-negative sample.

**2.5.4 含量测定结果**

**2.5.4.1 系统适用性试验** 取“2.4.2”项下的对照品、供试品及阴性溶液, 按“2.4.2.1”项下色谱条

件测定,结果显示,样品中毛蕊异黄酮葡萄糖苷分离度良好,见图2,与其相邻色谱峰分离度>1.5,理论板数以毛蕊异黄酮葡萄糖苷峰面积计算 $\geq 4000$ 。

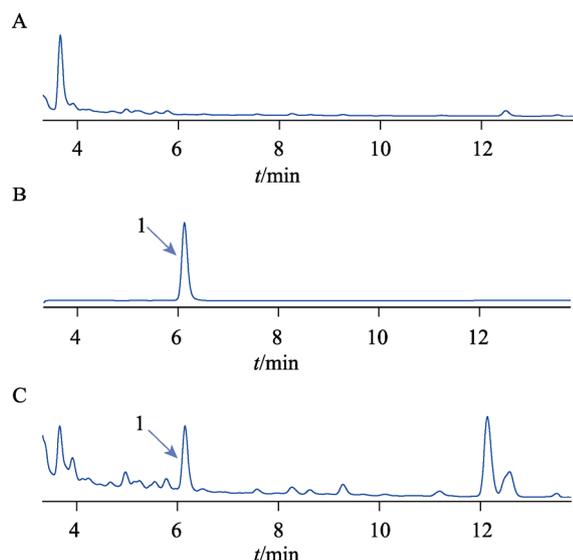


图2 归芪益元膏液相色谱图  
A-阴性溶液; B-对照品溶液; C-供试品溶液; 1-毛蕊异黄酮葡萄糖苷。  
Fig. 2 Liquid chromatogram of Guiqi Yiyuan decoction  
A-negative solution; B-reference solution; C-test solution; 1-glucoside of calycosin.

**2.5.4.2 标准曲线的建立** 以毛蕊异黄酮葡萄糖苷的进样量( $\mu\text{L}$ )为横坐标( $X$ ),峰面积为纵坐标( $Y$ )进行线性回归,得到回归方程为 $Y=416.7313X+9.2655$ , $r^2=0.9994$ ,结果表明:毛蕊异黄酮葡萄糖苷在 $0.0896\sim 1.3440\mu\text{g}$ 内有良好的线性关系。

**2.5.4.3 仪器精密度试验** 精密吸取“2.4.2.2”项下对照品溶液 $10\mu\text{L}$ ,重复进样6次,毛蕊异黄酮葡萄糖苷峰面积的RSD为1.03%,表明仪器精密度良好。

**2.5.4.4 重复性试验** 取3份同一批样品(批号:20200901)各 $3.00\text{g}$ ,按“2.4.2.3”项下供试品溶液制备方法制备并进样测定,经计算毛蕊异黄酮葡萄糖苷含量的RSD为1.32%,表明重复性良好。

**2.5.4.5 稳定性试验** 取“2.4.2.3”项下供试品溶液,于0, 2, 4, 8, 12, 24h进行测定,结果峰面积的平均RSD值为1.74%,表明该供试品溶液在室温条件24h稳定。

**2.5.4.6 加样回收率试验** 精密称取同一批样品(批号:20200901)(毛蕊异黄酮葡萄糖苷含量为 $0.030\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$ )约 $3.00\text{g}$ ,分成3组,每组3份,按样品浓度的80%, 100%, 120%分别精密加入毛蕊异黄酮葡萄糖苷对照品溶液( $0.0896\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ ),按

“2.4.2.1”项下色谱条件测定,得平均回收率为99.51%,RSD为2.59%,见表5。

**2.5.4.7 样品含量测定** 取3批归芪益元膏样品(批号:20200901),测定毛蕊异黄酮葡萄糖苷含量,每批平行测定3次,结果可知,3批含量的均值为 $0.0315\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$ ,考虑到药材的来源、炮制加工、制剂生产及储存等因素,含量限度在3批均值的基础上下降20%,即为 $0.0315\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}\times 80\%=0.0252\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$ 。

表5 加样回收率试验结果  
Tab. 5 Sample recovery test result

试验号	样重/g	制剂中毛蕊异黄酮葡萄糖苷量/mg	加入毛蕊异黄酮葡萄糖苷量/mg	测得量/mg	回收率/%	平均回收率/%	RSD/%
1	3.024	0.091	0.073	0.167	104.11		
2	3.041	0.091	0.073	0.162	97.26		
3	3.106	0.093	0.074	0.167	100.00		
4	3.255	0.098	0.098	0.197	101.02		
5	3.018	0.091	0.091	0.181	98.90	99.51	2.59
6	3.102	0.093	0.093	0.184	97.85		
7	3.025	0.091	0.109	0.199	99.08		
8	3.072	0.092	0.110	0.204	101.82		
9	3.024	0.093	0.112	0.200	95.54		

**2.5.5 相对密度、不溶物及装量差异结果** 归芪益元膏相对密度为1.39左右,不溶物和装量差异均符合中国药典2020年版规定,见表6。

表6 归芪益元膏检查结果表  
Tab. 6 Guiqi Yiyuan paste inspection result table

项目	1	2	3
相对密度	1.39	1.39	1.40
不溶物	符合规定	符合规定	符合规定
装量差异	符合规定	符合规定	符合规定

### 3 讨论

归芪益元膏具有益气滋阴、补肺益肾、养血活血之功效,对放疗患者十分受益,由于方中人参为贵重药材,开始考虑将其粉碎成细粉另加,但经预试验得到的成品色泽及口感较差,综合考虑患者的服药顺应性并结合大生产可行性等因素,全方药材均采用纯水回流提取。方中黄芪、麦冬、人参中均含有皂苷类成分,可很好地溶于正丁醇,五味子、枸杞子、当归、熟地中的小分子成分在水饱和正丁醇中也均有较好的溶解性,因此选用正丁醇浸出物含量作为工艺评价指标。

为了保证药物的有效性,本实验利用现代科学色谱技术,对归芪益元膏进行了质量标准研究,建立了科学的质量控制体系。薄层色谱在中药鉴别中广泛使用,具有操作简便、成本低、分析速

度快、专属性高、色谱参数易调整、可高效分离微量物质的特点,是中药单味药材或复方制剂质量控制的主要方法,也是中药质量标准的重要组成部分。本实验根据君臣佐使的配伍原则,对煎膏剂中的黄芪、当归、枸杞子、人参四味药材进行薄层鉴别。结果表明四味药材的薄层鉴别重复性好、专属性强,可作为方中药味的专属鉴别。

黄芪为方中君药,毛蕊异黄酮葡萄糖苷是其主要活性成分之一,含量高、性质相对稳定,具有抗氧化、保护血管内皮细胞、增强造血功能及治疗白血病等诸多药理作用,是鉴定黄芪药材的重要质量指标之一,以毛蕊异黄酮葡萄糖苷为指标的含量测定方法科学合理、重复性好,可作为归芪益元膏的质量控制方法。

## REFERENCES

- [1] MA T X, LI J T, LI J, et al. Effect and mechanism of Guiqi Yiyuan ointment on rats injured by side effect of  $^{12}\text{C}6+$  beam radiation[J]. Med J Chin People's Liberation Army(解放军医学杂志), 2021, 46(9): 876-882.
- [2] ZHANG C N, LI J T, LIU Y Q, et al. Influence of Guiqiyiyuan Ointment on the expression of caspase-3 and caspase-9 in rat lung tissues injured by heavy ion radiation-induced bystander effect[J]. Med J Chin People's Liberation Army(解放军医学杂志), 2018, 43(4): 278-282.
- [3] DU S G, LI J T, LIANG Q J, et al. Clinical observation on 60 cases of lung adenocarcinoma with deficiency of both Qi and Yin syndrome in advanced stage treated by Guiqi Yiyuan Gao combined with gefitinib tablets and radiotherapy[J]. J Gansu Univ Tradit Chin Med(甘肃中医药大学学报), 2021, 38(3): 51-55.
- [4] WEI W C. Studies on chemical constituents from n-buOH extraction of *Angelica sinensis*[D]. Lanzhou: Lanzhou University of Technology, 2016.
- [5] LIU J X, HOU W, DOU F M, et al. Chemical constituents of n-butanol fraction from stems of *Schisandra chinensis*[J]. Chin Tradit Herb Drugs(中草药), 2015, 46(13): 1878-1882.
- [6] WANG X P, HU Z F, WANG J, et al. Comparative study on the effects of different processing methods on the chemical constituents of Radix Rehmanniae Preparata[J]. Lishizhen Med Mater Med Res(时珍国医国药), 2015, 26(1): 91-93.
- [7] ZHANG Y Z, YANG X M, DAI Z K, et al. Study on multi-index evaluation of decocting technology of *Lycium barbarum* L[J]. J Chin Med Mater(中药材), 2018, 41(5): 1173-1175.
- [8] CHEN H, YAN Z P, CHEN F Y, et al. Determination of polysaccharides in Weixuening Granule by improved differential phenol-sulfuric method[J]. Chin J Inf Tradit Chin Med(中国中医药信息杂志), 2014, 21(3): 84-86.
- [9] 中国药典. 一部[S]. 2020: 附录 73-74, 107.
- [10] LI S K, LIU L, LIU M Y, et al. Content determination of the calycosin glycoside in Renshen Qihuang granules[J]. Spec Wild Econom Anim Plant Res(特产研究), 2021, 43(4): 90-94.
- [11] WANG D D, LIN S J, BAI S X, et al. Optimization of spray-drying process for Liange Xiaoke extract based on the multi-index comprehensive scoring method[J]. Chin J Mod Appl Pharm(中国现代应用药学), 2022, 39(15): 1962-1966.
- [12] LIN X, YAN G H, PAN X D, et al. Optimization for extraction technology of Qinhuang gel by multicriteria comprehensive assessment[J]. Chin J Mod Appl Pharm(中国现代应用药学), 2019, 36(12): 1502-1507.

收稿日期: 2022-10-30  
(本文责编: 陈怡心)