

中图分类号: R943 文献标志码: A 文章编号: 1006-4931(2024)20-0064-05
doi:10.3969/j.issn.1006-4931.2024.20.014



温肾健脾定脊合剂指标成分测定及水提工艺研究*

钱芳¹, 何晓瑾^{1,2}, 杨秀珍^{1△}

(1. 江苏省中医院, 江苏 南京 210029; 2. 南京中医药大学第一临床医学院, 江苏 南京 210023)

摘要:目的 优选温肾健脾定脊合剂水提工艺。方法 采用高效液相色谱-蒸发光散射检测器(HPLC-ELSD)法测定耐斯糖含量, 采用高效液相色谱-二极管阵列检测器(HPLC-DAD)法测定芍药苷、升麻素苷、5-O-甲基维斯阿米醇苷和柚皮苷的含量。以加水量、提取时间、提取次数为考察因素, 以上述指标成分总量及干膏得率为评价指标, 采用 $L_9(3^4)$ 正交试验优选水提工艺, 并验证。结果 耐斯糖、芍药苷、升麻素苷、5-O-甲基维斯阿米醇苷和柚皮苷的进样量分别在1.054~10.54 μg ($r=0.9998$)、0.8076~10.768 μg ($r=0.9999$)、0.1383~1.844 μg ($r=0.9999$)、0.1917~2.556 μg ($r=1.0000$)、0.4803~6.404 μg ($r=0.9999$)范围内与峰面积线性关系良好; 精密性、稳定性、重复性试验结果的RSD均小于2.0%; 平均加样回收率分别为97.79%, 100.73%, 98.56%, 101.38%, 97.31%, RSD分别为1.74%, 1.49%, 1.34%, 2.05%, 1.66% ($n=9$)。最优水提工艺为加8倍量水, 提取2次, 每次40 min。结论 所建立的指标成分含量测定方法及优选的水提工艺稳定、可行, 可为温肾健脾定脊合剂的进一步开发提供参考。

关键词: 温肾健脾定脊合剂; 正交试验; 提取工艺; 耐斯糖; 芍药苷; 升麻素苷; 5-O-甲基维斯阿米醇苷; 柚皮苷; 含量测定

Determination of Indicator Components and Optimization of Water Extraction Process of Wenshen Jianpi Dingji Mixture

QIAN Fang¹, HE Xiaojin^{1,2}, YANG Xiuzhen¹

(1. Jiangsu Provincial Hospital of Traditional Chinese Medicine, Nanjing, Jiangsu, China 210029; 2. The First Clinical Medical College, Nanjing University of Chinese Medicine, Nanjing, Jiangsu, China 210023)

Abstract: Objective To optimize the water extraction process of Wenshen Jianpi Dingji Mixture. **Methods** The high-performance liquid chromatography-evaporative light scattering detection (HPLC-ELSD) was used to determine the content of nystose, and the high-performance liquid chromatography-diode array detector (HPLC-DAD) was used to determine the contents of paeoniflorin, prim-O-glucosylcimifugin, 5-O-methylvisammioside and naringin. The $L_9(3^4)$ orthogonal test was used to optimize the water extraction process with the water addition amount, extraction time and extraction frequency as the investigation factors, and with the total amount of the above indicator components and yield of dry extract as the evaluation indicators, and the verification test was carried out. **Results** The linear ranges of nystose, paeoniflorin, prim-O-glucosylcimifugin, 5-O-methylvisammioside and naringin were 1.054-10.54 μg ($r=0.9998$), 0.8076-10.768 μg ($r=0.9999$), 0.1383-1.844 μg ($r=0.9999$), 0.1917-2.556 μg ($r=1.0000$), 0.4803-6.404 μg ($r=0.9999$), respectively. The RSDs of precision, stability and repeatability tests were all lower than 2.0%. The average recovery rates of the above five components were 97.79%, 100.73%, 98.56%, 101.38%, 97.31%, with RSDs of 1.74%, 1.49%, 1.34%, 2.05%, 1.66% ($n=9$) respectively. The optimal water extraction process was as follows: adding eight times the amount of water, extracting twice, each time for 40 min. **Conclusion** The established content determination method of indicator components and the optimal water extraction process are stable and feasible, which can provide a reference for the further development of Wenshen Jianpi Dingji Mixture.

Key words: Wenshen Jianpi Dingji Mixture; orthogonal test; extraction process; nystose; paeoniflorin; prim-O-glucosylcimifugin; 5-O-methylvisammioside; naringin; content determination

*基金项目: 江苏省科技项目[BE2022801]; 江苏省中医院科技项目[Y2020CX54]。

第一作者: 钱芳, 女, 大学本科, 主任中药师, 研究方向为中药制剂与新药研发, (电子信箱)qfss1024@126.com。

△通信作者: 杨秀珍, 女, 大学本科, 副主任中药师, 研究方向为中药质量标准, (电子信箱)yxzjsszy@126.com。

[17] LIU PP, CHEN J, QI JY, et al. Hesperetin ameliorates ischemia/hypoxia-induced myocardium injury via inhibition of oxidative stress, apoptosis, and regulation of Ca^{2+} homeostasis[J]. *Phytotherapy Research*, 2023, 37(5): 1787-1805.
[18] LEI L, MU J, ZHENG YC, et al. Selenium Deficiency-Induced Oxidative Stress Causes Myocardial Injury in Calves by Activating Inflammation, Apoptosis, and Necroptosis[J]. *Antioxidants*, 2023, 12(2): 229.
[19] FAN ZX, YANG CJ, LI YH, et al. Ginsenoside Rh2 attenuates

myocardial ischaemia-reperfusion injury by regulating the Nrf2/HO-1/NLRP3 signalling pathway[J]. *Experimental and Therapeutic Medicine*, 2023, 25(1): 35-35.

[20] 黄泓轲, 罗健伟, 冉华. 阿昔莫司对脂多糖诱导脓毒症大鼠心肌损伤及Nrf2/HO-1信号通路的影响[J]. *中国循环杂志*, 2022, 37(12): 1259-1266.

[21] 张霞. 基于NF- κ B和Nrf2/HO-1信号途径探讨异甘草素对COPD大鼠的影响[J]. *四川中医*, 2022, 40(1): 44-48.

(收稿日期: 2023-12-05; 修回日期: 2024-06-12)

温肾健脾定脊合剂为我院风湿科的临床经验方,由巴戟肉、党参、防风、炒白芍、骨碎补等组方,有温肾健脾、蠲痹通络功效,用于治疗脾肾亏虚引起的强直性脊柱炎、腰椎间盘突出症、腰背肌筋膜炎等。巴戟肉为方中君药,含有糖类^[1]、环烯醚萜类^[2]等,具有抗骨质疏松症^[3]、抗炎^[4]、抗抑郁^[5]等之功效,用于风湿痹痛、少腹冷痛、筋骨痿软等^[6],耐斯糖是巴戟肉的主要活性成分^[7]。方中防风解表、祛风、胜湿,含有色原酮、香豆素类等^[8],升麻素苷、5-O-甲基维斯阿米醇苷为其主要化学成分^[9],有抗炎、解热、镇痛等作用^[10-11]。炒白芍平抑肝阳、柔肝止痛,含有单萜、三萜类、黄酮类等,有解痉、镇痛、抗炎等作用^[12],主要活性成分为芍药苷^[13],可抑制模型小鼠的肺部及气道炎性反应^[14]。骨碎补疗伤止痛、补肾强骨,含有黄酮类、木脂素等,主要活性成分为柚皮苷^[15],具有抗炎、抗菌、调节免疫等作用^[16]。本研究中采用高效液相色谱-蒸发光散射检测器(HPLC-ELSD)法测定耐斯糖含量,高效液相色谱-二极管阵列检测器(HPLC-DAD)法测定芍药苷、升麻素苷、5-O-甲基维斯阿米醇苷和柚皮苷含量;以指标成分总量和干膏得率为评价指标,以提取时间、提取次数、加水量为考察因素,采用正交试验法优选温肾健脾定脊合剂的水提工艺,为医院制剂的规范化生产提供依据。现报道如下。

1 仪器与试药

1.1 仪器

Agilent 1260型高效液相色谱仪(美国Agilent公司);Waters 2695型高效液相色谱仪、2998型二极管阵列检测器(美国Waters公司);Alltech-ELSD 2000型蒸发光散射检测器(美国Alltech公司);BP-211D型电子分析天平(德国Sartorius公司,精度为0.01 mg);PL-S40T型超声波清洗机(东莞康士洁超声波科技有限公司);Millipore-Q型纯水机(美国Millipore公司)。

1.2 试药

耐斯糖对照品(批号为111891-201704,含量92.2%),升麻素苷对照品(批号为111522-201712,含量94.6%),5-O-甲基维斯阿米醇苷对照品(批号为

111523-201811,含量97.4%),柚皮苷对照品(批号为110722-201815,含量91.7%),芍药苷对照品(批号为110736-201912,含量95.1%),均购自中国食品药品检定研究院。乙腈、甲醇均为色谱纯,其余试剂均为分析纯,水为超纯水。饮片巴戟肉(批号为210301),防风(批号为21051101),炒白芍(批号为21022207),骨碎补(批号为210301),均购自马鞍山井泉中药饮片有限公司,经江苏省中医院朱育凤主任中药师鉴定均为正品。

2 方法与结果

2.1 耐斯糖含量测定

2.1.1 色谱条件

色谱柱:Amethyst C₁₈-H柱(250 mm×4.6 mm,5 μm);流动相:甲醇-水(2:98, V/V);流速:1.0 mL/min;柱温:30℃;漂移管温度:114℃;载气流量:3.2 L/min;进样量:10 μL。

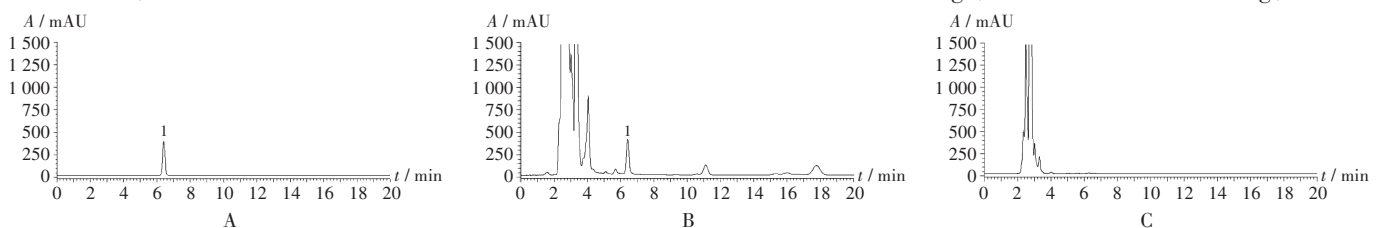
2.1.2 溶液制备

取耐斯糖对照品适量,精密称定,加流动相制成质量浓度为1 054 μg/mL的对照品贮备液;取适量,加流动相制成质量浓度为105.4 μg/mL的对照品溶液。取处方量饮片252 g,共9份,按拟订工艺提取,滤液浓缩至250 mL,即得供试品;取2 mL,置25 mL容量瓶中,加流动相,超声(功率250 W、频率40 kHz,下同)处理20 min,放冷,加流动相定容,摇匀,滤过,取续滤液,即得供试品溶液I。按温肾健脾定脊合剂处方及工艺制备缺巴戟肉的阴性样品,同供试品溶液制备方法制备阴性对照品溶液I。

2.1.3 方法学考察

专属性试验:取2.1.2项下3种溶液各10 μL,按2.1.1项下色谱条件进样测定,记录色谱图。结果供试品溶液色谱在与对照品溶液色谱相应位置有吸收峰,且阴性对照无干扰。详见图1。

线性关系考察:分别精密量取2.1.2项下对照品贮备液1,2,4,6,8 mL,置10 mL容量瓶中,加流动相定容,摇匀,得系列对照品溶液,按2.1.1项下色谱条件测定,以耐斯糖进样量对数(lg)值(X)为横坐标、峰面积lg值(Y)为



1. 耐斯糖
A. 对照品溶液 B. 供试品溶液 I C. 阴性对照品溶液 I

图1 高效液相色谱-蒸发光散射检测器图

1. Nystose

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

Fig. 1 HPLC-ELSD chromatograms

纵坐标进行线性回归,得回归方程 $Y_1 = 1.6149X_1 + 12.749$ ($r = 0.9998, n = 6$)。结果表明,耐斯糖进样量在 $1.054 \sim 10.54 \mu\text{g}$ 范围内与峰面积线性关系良好。

检测限与定量限考察:精密量取 2.1.2 项下对照品溶液适量,逐级稀释,按 2.1.1 项下色谱条件进样测定,记录峰面积。以信噪比 (S/N) 分别为 3:1 和 10:1 时耐斯糖的质量浓度为检测限和定量限。结果检测限为 $0.21 \mu\text{g/mL}$,定量限为 $0.84 \mu\text{g/mL}$ 。

精密度试验:精密量取 2.1.2 项下对照品溶液 $10 \mu\text{L}$,按 2.1.1 项下色谱条件连续进样测定 6 次,记录峰面积。结果耐斯糖峰面积的 RSD 为 0.10% ($n = 6$),表明仪器精密度良好。

稳定性试验:精密量取 2.1.2 项下供试品溶液 I 适量,分别于室温下放置 0, 2, 4, 6, 8, 12 h 时按 2.1.1 项下色谱条件进样测定,记录峰面积。结果耐斯糖峰面积的 RSD 为 0.30% ($n = 6$),表明供试品溶液室温放置 12 h 内基本稳定。

重复性试验:取 2.1.2 项下供试品溶液 I 2 mL ,共 6 份,按 2.1.1 项下色谱条件进样测定,记录峰面积,并计算含量。结果耐斯糖平均含量的 RSD 为 1.95% ($n = 6$),表明方法重复性良好。

加样回收试验:取 2.1.2 项下样品 1 mL ,共 9 份,分别加入对照品溶液,按 2.1.2 项下方法制备供试品溶液 I,按 2.1.1 项下色谱条件进样测定,记录峰面积,并计算加样回收率。结果平均加样回收率为 97.79% , RSD 为 1.74% 。

2.2 芍药苷、升麻素苷、5-O-甲基维斯阿米醇苷和柚皮苷含量测定

2.2.1 色谱条件

色谱柱:Phenomenex C_{18} 柱 ($250 \text{ mm} \times 4.6 \text{ mm}$),

$5 \mu\text{m}$);流动相:乙腈(A) - 0.1% 磷酸水溶液(B),梯度洗脱 (0~8 min 时 8%A, 8~20 min 时 8%A → 10%A, 20~30 min 时 10%A → 15%A, 30~40 min 时 15%A → 16%A, 40~53 min 时 16%A, 53~55 min 时 16%A → 8%A, 55~60 min 时 8%A);流速: 1.0 mL/min ;检测波长: 230 nm ;柱温: $30 \text{ }^\circ\text{C}$;进样量: $10 \mu\text{L}$ 。

2.2.2 溶液制备

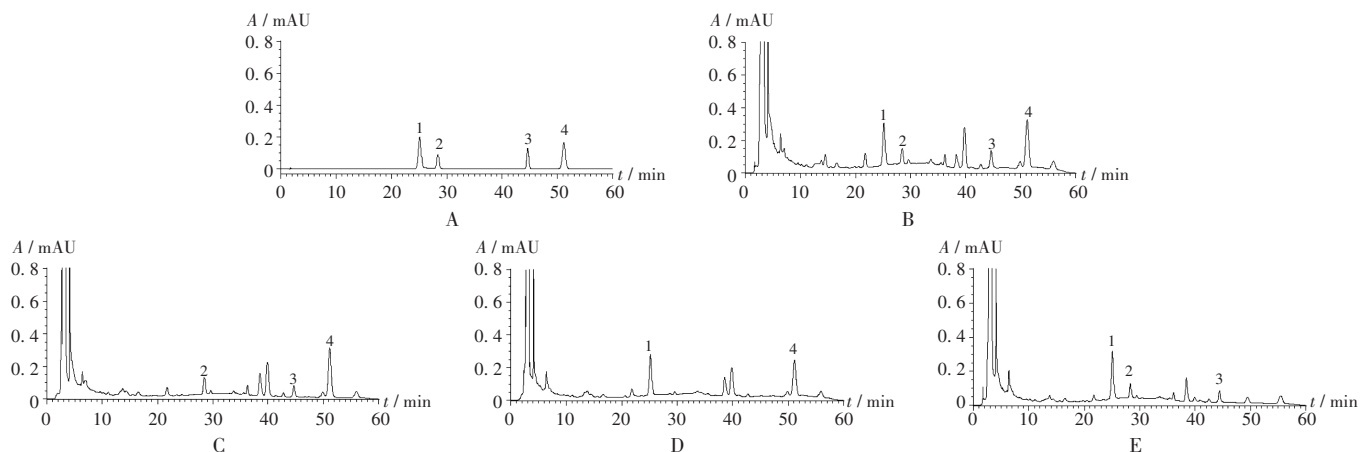
分别取芍药苷、升麻素苷、5-O-甲基维斯阿米醇苷、柚皮苷对照品适量,精密称定,加甲醇制成质量浓度分别为 $1076.8, 184.4, 255.6, 640.4 \mu\text{g/mL}$ 的混合对照品贮备液,取 2.5 mL ,置 10 mL 容量瓶中,加甲醇,制成质量浓度分别为 $269.2, 46.1, 63.9, 160.1 \mu\text{g/mL}$ 的混合对照品溶液。精密吸取 2.1.2 项下供试品 5 mL ,置 10 mL 容量瓶中,加甲醇,超声 20 min ,放冷,加甲醇定容,摇匀,滤过,取续滤液,即得供试品溶液 II。同 2.1.2 项下方法制备分别缺炒白芍、防风、骨碎补的阴性对照品溶液 II - IV。

2.2.3 方法学考察

专属性试验:取 2.2.2 项下 5 种溶液各 $10 \mu\text{L}$,按 2.2.1 项下色谱条件进样测定,记录色谱图。结果供试品溶液色谱在与对照品溶液色谱相应位置有吸收峰,阴性对照无干扰。详见图 2。

线性关系考察:分别精密量取 2.2.2 项下混合对照品贮备液 $1.5, 2.5, 5, 10, 15 \text{ mL}$,置 20 mL 容量瓶中,加甲醇定容,摇匀。按 2.2.1 项下色谱条件进样测定,以待测成分进样量 ($X, \mu\text{g}$) 为横坐标,峰面积 (Y) 为纵坐标进行线性回归。结果见表 1 (A 为芍药苷, B 为升麻素苷, C 为 5-O-甲基维斯阿米醇苷, D 为柚皮苷)。

检测限与定量限考察:精密量取 2.2.2 项下混合对



1. 芍药苷 2. 升麻素苷 3. 5-O-甲基维斯阿米醇苷 4. 柚皮苷

A. 混合对照品溶液 B. 供试品溶液 II C - E. 阴性对照品溶液 II - IV (分别缺炒白芍、防风、骨碎补)

图 2 高效液相色谱 - 二极管阵列检测器图

1. Paeoniflorin 2. Prim-O-glucosylcimifugin 3. 5-O-methylvisammioside 4. Naringin

A. Mixed reference solution B. Test solution II C - E. Negative reference solution II - IV (lacking stir-fried Paeoniae Radix Alba, Saposhnikovia Radix, Drynariae Rhizoma respectively)

Fig. 2 HPLC - DAD chromatograms

照品溶液适量,逐级稀释,按2.2.1项下色谱条件进样测定,记录峰面积。以信噪比(S/N)分别为3:1和10:1时待测成分的质量浓度为检测限和定量限。结果芍药苷、升麻素苷、5-O-甲基维斯阿米醇苷和柚皮苷的检测限分别为0.17, 0.12, 0.16, 0.20 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 定量限分别为0.67, 0.46, 0.64, 0.60 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

精密度试验:精密量取2.2.2项下混合对照品溶液10 μL ,按2.2.1项下色谱条件连续进样测定6次,记录峰面积。结果芍药苷、升麻素苷、5-O-甲基维斯阿米醇苷和柚皮苷峰面积的RSD分别为0.54%, 0.37%, 0.35%, 0.45% ($n=6$),表明仪器精密度良好。

稳定性试验:精密量取2.2.2项下供试品溶液II适量,分别于室温下放置0, 2, 4, 6, 8, 12 h时按2.2.1项下色谱条件进样测定,记录峰面积。结果芍药苷、升麻素苷、5-O-甲基维斯阿米醇苷和柚皮苷峰面积的RSD分别为0.68%, 1.48%, 1.00%, 0.37% ($n=6$)。表明供试品溶液室温放置12 h内稳定。

重复性试验:取2.2.2项下供试品溶液II 5 mL,共6份,按2.2.2项下方法制备供试品溶液,按2.2.1项下色谱条件进样测定,记录峰面积,并计算含量。结果芍药苷、升麻素苷、5-O-甲基维斯阿米醇苷和柚皮苷含量的RSD分别为1.23%, 1.47%, 1.07%, 0.92% ($n=6$)。表明方法重复性良好。

加样回收试验:取2.2.2项下供试品溶液II 2.5 mL,共9份。加入芍药苷、升麻素苷、5-O-甲基维斯阿米醇苷和柚皮苷对照品溶液,按2.2.2项下方法制备供试品溶液,按2.2.1项下色谱条件进样测定,记录峰面积,并计算回收率。详见表1。

表1 线性关系考察及加样回收试验结果 ($n=5$)

Tab. 1 Results of the linear relation and recovery tests ($n=5$)

待测成分	回归方程	线性范围(μg)	r	平均回收率(%)	RSD(%)
A	$Y_2 = 1294.894X_2 - 85.673$	0.8076~10.768	0.9999	100.73	1.49
B	$Y_3 = 2496.807X_3 - 30.430$	0.1383~1.844	0.9999	98.56	1.36
C	$Y_4 = 2667.528X_4 - 6.962$	0.1917~2.556	1.0000	101.38	2.03
D	$Y_5 = 2172.770X_5 - 110.888$	0.4803~6.404	0.9999	97.31	1.71

2.3 干膏得率测定

精密吸取2.1.2项下样品5 mL,置干燥至恒重的蒸发皿中,水浴蒸干,105 $^{\circ}\text{C}$ 干燥3 h,取出,置干燥器中冷却30 min,称定质量。干膏得率(%) = $(W \times V) / (5 \times W_1) \times 100\%$ [其中, W 为干膏质量, W_1 为饮片质量, V 为定容体积(250 mL)]。

2.4 水提工艺优化

2.4.1 正交试验

取处方量饮片252 g,采用 $L_9(3^4)$ 正交试验,以提取时间(因素A)、提取次数(因素B)、加水量(因素C)为考察因素,以干膏得率、指标成分总量为评价指标,优选

表2 因素与水平

Tab. 2 Factors and their levels

水平	因素A(min)	因素B(次)	因素C(倍)
1	30	1	6
2	40	2	8
3	60	3	10

温肾健脾定脊合剂水提工艺。因素与水平见表2。

采用加权评分法计算综合评分,综合评分 = 干膏得率 / 最大干膏得率 $\times 30$ + 指标成分总量 / 最大指标成分总量 $\times 70$;采用SPSS 26.0统计学软件进行分析,结果见表3、表4。可知,仅因素B对结果有显著影响,且影响强度为 $B > A > C$,最佳提取工艺为 $A_2B_3C_2$,即加8倍量水,提取3次,每次40 min。因素 B_2 和 B_3 差异较小,综合考虑缩短生产周期和节约能源,优选提取工艺为 $A_2B_2C_2$,即加8倍量水,提取2次,每次40 min。

表3 $L_9(3^4)$ 正交试验设计与结果 ($n=9$)

Tab. 3 Design and results of the $L_9(3^4)$ orthogonal test ($n=9$)

试验号	因素				干膏得率 (%)	指标成分总量 (mg)	综合得分 (分)
	A	B	C	D(空白)			
1	1	1	1	1	12.71	660.56	40.88
2	1	2	2	2	28.77	1439.87	90.09
3	1	3	3	3	30.88	1521.29	95.63
4	2	1	2	3	17.27	932.29	57.09
5	2	2	3	1	29.11	1524.55	94.15
6	2	3	1	2	32.45	1582.41	99.77
7	3	1	3	2	18.29	902.13	56.69
8	3	2	1	3	29.76	1463.62	92.05
9	3	3	2	1	32.70	1574.26	99.64
K_1	226.59	154.66	232.70	234.67			
K_2	251.00	276.28	246.81	246.55			
K_3	248.38	295.03	246.46	244.76			
R	8.13	46.79	4.70	3.96			

表4 方差分析结果

Tab. 4 Results of the analysis of variance

方差来源	离差平方和	n	均方	F 值	P
A	119.67	2	59.84	4.37	> 0.05
B	3872.03	2	1936.01	141.48	< 0.01
C	43.16	2	21.58	1.58	> 0.05
D	27.37	2	13.68		

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

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

2.4.3 验证试验

取处方量饮片252 g,共3份,按优选的工艺提取,测定干膏得率及指标成分总量结果见表5。结果表明,优选的工艺稳定可行。

3 讨论

3.1 色谱条件选择

测定方法和检测波长:预试验中采用全波长扫描,

表5 验证试验结果($n=3$)

Tab. 5 Results of the verification test ($n=3$)

指标	1	2	3	\bar{x}
干膏得率(%)	29.76	30.05	29.23	29.68
指标成分总量(mg)	1 501.23	1 462.65	1 460.76	1 474.88

结果耐斯糖在190~400 nm波长范围内无明显紫外吸收,故参考药典,采用HPLC-ELSD法测定其含量^[6]。HPLC-DAD法中,升麻素苷和5-O-甲基维斯阿米醇苷的最大吸收波长为254 nm、柚皮苷为283 nm、芍药苷为230 nm,且测定波长为230 nm时,4种成分均有较好吸收,故选择检测波长为230 nm。

流动相:预试验检测耐斯糖时参考药典,以甲醇-水(3:97, V/V)为流动相^[6],色谱峰未完全分离,调节比例为2:98分离较好。检测升麻素苷、5-O-甲基维斯阿米醇苷、柚皮苷和芍药苷时,梯度洗脱流动相系统分别选择乙腈-磷酸水溶液、甲醇-磷酸水溶液,结果采用前者,各待测成分均能检出,分离较好,且阴性对照无干扰。

提取方法和提取条件:预试验中分别采用超声和回流30 min的方法提取样品^[17],结果二者无明显差异,故选择操作更简便的超声法。检测耐斯糖时,用前文选出的流动相、不同体积分数甲醇(50%甲醇、70%甲醇、甲醇)和乙醇(50%乙醇、70%乙醇、乙醇)超声30 min提取样品,结果流动相提取效果最佳;检测升麻素苷、5-O-甲基维斯阿米醇苷、柚皮苷和芍药苷时,用不同体积分数甲醇(同上)和乙醇(同上)超声30 min提取样品,结果甲醇提取效果最佳。样品分别超声20,30,40 min,结果各成分含量无明显差异,故选择超声20 min。

耐用性考察:分别对色谱柱(Amethyst C₁₈-H柱、Agilent SB C₁₈柱、Phenomenex C₁₈柱,规格均为250 mm×4.6 mm, 5 μm),柱温(25, 30, 35 °C),流速(0.8, 1.0, 1.2 mL/min)进行考察,结果上述色谱条件改变对测定结果无明显影响。

3.2 水提工艺和评价指标选择

温肾健脾定脊合剂为临床经验方,疗效显著,以汤剂形式应用多年。为保持传统汤剂的有效成分,采用水提工艺提取^[18],L₉(3⁴)正交试验结果^[19]显示,加水量、浸泡时间、提取时间和提取次数等^[20]为影响水提效果的主要因素。根据预试验,饮片浸泡与否对提取工艺无影响。

传统中药历史悠久,其成分复杂,多种因素影响其质量,且复方制剂成分更复杂。单一指标成分不能反映该药的整体活性,应选择多成分的检测。巴戟肉为方中君药,防风、炒白芍、骨碎补对全方疗效的发挥起着重要作用,故选择耐斯糖、升麻素苷、5-O-甲基维斯阿米醇苷、柚皮苷和芍药苷为指标成分,测定其总量。干膏得率会影响药效和有效成分的含量,为中药提取工

艺的常见指标,故选择其作为评价指标之一。

3.3 方法评价

本研究中优选的温肾健脾定脊合剂的水提工艺操作简便、稳定,可为该制剂的规模化生产提供参考。

参考文献

- [1] 郝庆秀,康利平,朱寿东,等. 基于UPLC-Q-TOFMS-E技术的巴戟天低聚糖成分的快速鉴别研究[J]. 中国中药杂志, 2018,43(6):1201-1208.
- [2] 赵祥升,弓宝,周亚奎,等. UPLC-MS/MS同时测定巴戟天中4个环烯醚萜苷的含量[J]. 药物分析杂志, 2018,38(9):1490-1495.
- [3] 李钺,谢炜星,晋大祥. 巴戟天防治骨质疏松症的研究进展[J]. 中国骨质疏松杂志, 2017,23(4):530-533.
- [4] 程亮星. 巴戟天寡糖对大鼠子宫缺血再灌注的抗炎作用[J]. 中医研究, 2018,31(6):68-70.
- [5] 运锋. 巴戟天抗抑郁作用现代药理研究进展[J]. 辽宁中医药大学学报, 2019,21(10):126-128.
- [6] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典(一部)[M]. 北京:中国医药科技出版社, 2020:83.
- [7] 崔妮,史辑,景海漪,等. 巴戟天补肾壮阳有效部位筛选及其作用机制研究[J]. 中成药, 2013,35(10):2256-2258.
- [8] 刘双利,姜程曦,赵岩,等. 防风化学成分及其药理作用研究进展[J]. 中草药, 2017,48(10):2146-2152.
- [9] 焦坤. 高效液相色谱法同时测定炒防风中升麻素苷和5-O-甲基维斯阿米醇苷含量[J]. 中国药业, 2018,27(1):35-36.
- [10] 刘羽,张月娟,余毅,等. 防风解热合剂解热镇痛抗炎药理作用的实验研究[J]. 中国中医急症, 2019,28(9):1576-1579.
- [11] 辛国,李鑫,黄晓巍. 防风化学成分及药理作用[J]. 吉林中医药, 2018,38(11):1323-1325.
- [12] 张燕丽,田园,付起凤,等. 白芍的化学成分和药理作用研究进展[J]. 中医药学报, 2021,49(2):104-109.
- [13] 吴玲芳,王晓晴,陈香茗,等. 白芍化学成分及药理作用研究进展[J]. 国际药学研究杂志, 2020,47(3):175-187.
- [14] 刘家齐,赵正晓,魏颖,等. 芍药苷对哮喘模型小鼠气道炎症趋化因子及受体的干预作用[J]. 中国实验动物学报, 2016,24(5):460-464.
- [15] 周群,曾弦,黄丹,等. 骨碎补化学成分和生物活性研究进展[J]. 世界科学技术-中医药现代化, 2021,23(8):2727-2741.
- [16] 檀龙颜,马洪娜. 骨碎补药理作用的研究进展[J]. 中国民族民间医药, 2017,26(11):66-70.
- [17] 钱芳,陈煜. 抗早颗粒质量标准的建立[J]. 东南大学学报(医学版), 2021,40(5):653-657.
- [18] 杨海燕,甘灿云. 正交试验法优选金铃子颗粒提取工艺[J]. 中国药师, 2019,22(12):2307-2309.
- [19] 贺延新,刘素玲,李郑林,等. 正交试验法优选红桃消肿颗粒水提工艺[J]. 中国药业, 2015,24(8):57-58.
- [20] 余杨健,谢和兵,尼玛次仁,等. 小儿清热颗粒指标成分测定和水提工艺研究[J]. 中国药业, 2023,32(7):64-68.

(收稿日期:2023-11-30;修回日期:2024-06-22)