

# 刺五加配方颗粒制备工艺优化及其量值传递研究

王琦<sup>1\*#</sup>, 连文芳<sup>1</sup>, 雷天荣<sup>1</sup>, 于悦<sup>2</sup>, 窦利民<sup>1</sup>, 成丽园<sup>1</sup>, 魏聪<sup>1</sup>

<sup>1</sup>石家庄平安医院医药研究院, 河北 石家庄

<sup>2</sup>河北国金药业有限责任公司技术部, 河北 邢台

收稿日期: 2025年6月13日; 录用日期: 2025年6月26日; 发布日期: 2025年8月29日

## 摘要

目的: 优选刺五加配方颗粒制备工艺并研究其量值传递情况。方法: 以出膏率、紫丁香苷含量作为综合评价指标, 以浸泡时间, 加水量、提取时间、提取次数为考察因素, 采用单因素试验结合 $L_9(3^4)$ 正交试验法优选最佳提取工艺。结合生产实际考察浓缩、干燥、制粒方式及参数。通过出膏率及紫丁香苷的含量测定考察饮片、中间体和配方颗粒间量值传递效果。结果: 最佳提取工艺为浸泡0.5 h, 提取两次, 分别加9, 7倍量水, 分别煎煮1 h。制备的配方颗粒中紫丁香苷含量范围为7.9~8.0 mg/g, 转移率范围为27.85%~29.37%, 出膏率范围为6.05%~6.62%。结论: 刺五加饮片水煎提取工艺稳定, 重复性好。刺五加饮片、中间体和配方颗粒中紫丁香苷成分含量呈量值传递关系, 一致性较好。该研究为配方颗粒替代传统煎剂的研究提供了参考。

## 关键词

刺五加, 配方颗粒, 正交试验, 工艺优化, 量值传递

# Optimization of Preparation Process and Value Transfer Research for *Acanthopanax senticosus* Formula Granules

Qi Wang<sup>1\*#</sup>, Wenfang Lian<sup>1</sup>, Tianrong Lei<sup>1</sup>, Yue Yu<sup>2</sup>, Limin Dou<sup>1</sup>, Liyuan Cheng<sup>1</sup>, Cong Wei<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Pharmaceutical Research Institute, Shijiazhuang Ping'an Hospital, Shijiazhuang Hebei

<sup>2</sup>Technology Department, Hebei Guojin Pharmaceutical Co., Ltd., Xingtai Hebei

Received: Jun. 13<sup>th</sup>, 2025; accepted: Jun. 26<sup>th</sup>, 2025; published: Aug. 29<sup>th</sup>, 2025

\*第一作者。

#通讯作者。

文章引用: 王琦, 连文芳, 雷天荣, 于悦, 窦利民, 成丽园, 魏聪. 刺五加配方颗粒制备工艺优化及其量值传递研究[J]. 药物化学, 2025, 13(3): 293-303. DOI: 10.12677/hjmce.2025.133030

## Abstract

**Objective:** To optimize the preparation technology of *Acanthopanax senticosus* formula granules and research its quantity transfer. **Methods:** Using the extraction ratio and syringin content as comprehensive evaluation indicators, and the soaking time, water amount, extraction time and extraction times were taken as investigation factors. The optimum extraction process was optimized by single factor test combined with  $L_9(3^4)$  orthogonal test. Observing the effect of mass transfer between decoction pieces, intermediates, and formula particles through the determination of extraction ratio and syringin content. **Results:** The optimum extraction process was soaking for 0.5 h, extract twice, adding 9, 7 folds of water addition, and decocting for 1 h. The content of syringin in the prepared granules ranged from 7.9 to 8.0 mg/g, the transfer rate ranged from 27.85% to 29.37%, and the paste extraction rate ranged from 6.05% to 6.62%. **Conclusion:** Stable water decoction extraction process of *Acanthopanax senticosus* decoction pieces with good repeatability. The content of syringin components in the decoction pieces, intermediates, and formula granules of *Acanthopanax senticosus* shows a quantitative transfer relationship, and the results are highly consistent. This study provides a reference for the study of formula granules replacing traditional decoctions.

## Keywords

*Acanthopanax senticosus*, Formula Granules, Orthogonal Test, Process Optimization, Quantity Transfer

Copyright © 2025 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

刺五加为五加科植物刺五加 *Acanthopanax senticosus* (Rupr. et Maxim.) Harms 的干燥根和根茎或茎，味辛、微苦，性温，具有益气健脾、补肾安神的功效[1]。五加始见于东汉《神农本草经》，明李时珍《本草纲目》[2]曰“此药以五叶交加者良，故名五加。”。谓五加为“主养命以应天，无毒。多服久服不伤人，欲轻身益气、不老延年者”所宜用之上品。刺五加主要分布在辽宁、吉林、黑龙江、河北等地[3]，近现代本草著作《中华本草》[4]对刺五加原植物描述：落叶灌木，高达 2 m，茎通常密生细长倒刺。刺五加中富含多种化学成分，主要有黄酮类、木质素类、苷类、多糖等，其中刺五加苷和刺五加皂苷被认为是刺五加中的主要化学成分[5]。紫丁香苷又称刺五加苷 B，是一种苷类化合物，《中国药典 2020 年版》将其作为刺五加的质控标准[6]-[8]。紫丁香苷具有保肝作用[9]、降糖降脂作用[10]、增强免疫力[11]等作用，刺五加中的紫丁香苷能很好地促进人体有毒物质代谢，提高人体免疫力，多用于肾虚的治疗[12]，近年来在中药应用中较为广泛。

中药配方颗粒是指由单味中药饮片经水提、浓缩、干燥、制粒等工艺制成，经中医临床配方后，供患者冲服使用的一种粉末或颗粒状制剂[13]。配方颗粒运用现代工艺进行制备，在保留原有有效成分的同时大大提高了患者使用的便利性，对临床使用过程中患者依从性的提高有很大改善。本研究采用正交实验法以出膏率、紫丁香苷含量为评价指标，优选刺五加制备工艺，通过特征成分的含量测定，考察饮片、中间体和配方颗粒之间量值传递情况。为刺五加配方颗粒的质量标准制定和临床提供数据支持。

## 2. 仪器与材料

### 2.1. 仪器

DK-98-II型恒温水浴锅天津泰斯特仪器有限公司；OF-12G 型电热鼓风干燥箱 JEIO-TECH (韩国制造)；98-1-B 调温型电热套天津泰斯特仪器有限公司；RE-5205 型旋转蒸发仪上海亚荣生化仪器厂；AL-104 Mettler 型分析天平 Toledo；S3000 型高效液相色谱仪 Primaide 日立。GZL100-25L 型湿法制粒机(石家庄科源机械设备有限公司，功率为 7.5 kW)。

### 2.2. 材料与试剂

紫丁香苷对照品，含量 94.3%，批号：111574-201605；购自中国食品药品检定研究院。甲醇(AR，西陇化工，20150107)，其余试剂为分析纯，刺五加配方颗粒批号 CWJ-KL-20200501，CWJ-KL-20200502，CWJ-KL-20200503 (国金药业生产)。色谱纯甲醇(国药集团化学试剂有限公司)；水为纯水(屈臣氏集团(香港)有限公司)，其余试剂为分析纯。

## 3. 方法与结果

### 3.1. 紫丁香苷的含量测定

#### 3.1.1. 色谱条件

色谱柱 Waters RP18 (4.6 × 250 mm, 5 μm)，甲醇 - 水(16:84)为流动相；流速为 1.0 ml/min，进样量为 10 μl，检测波长为 265 nm。理论板数按紫丁香苷峰计算应不低于 2000。

#### 3.1.2. 溶液制备

##### 1) 对照品溶液制备

取紫丁香苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1 ml 含 80.0 μg 的溶液，即得。

##### 2) 供试品溶液的制备

取本品配方颗粒或冻干粉粗粉约 0.15 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 25 ml，密塞，称定重量，超声处理(功率 250 W，频率 33 kHz) 30 分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，过滤，取续滤液，即得。

#### 3.1.3. 系统适应性

取供试品溶液 10 μL 注入液相色谱仪，紫丁香苷色谱峰均与相邻色谱峰分离良好，紫丁香苷理论塔板数符合标准要求。

#### 3.1.4. 专属性试验

取空白溶液 10 μl 注入液相色谱仪，为阴性色谱图。活性溶液色谱图在与紫丁香苷色谱峰相应的位置上无色谱峰(见图 1)，不干扰刺五加配方颗粒中紫丁香苷含量测定。

#### 3.1.5. 线性关系考察

取紫丁香苷对照品溶液适量，加甲醇稀释成含紫丁香苷浓度分别为 15.508 μg/ml、31.016 μg/ml、62.032 μg/ml、77.540 μg/ml、93.048 μg/ml，照色谱条件进样测定，记录色谱图及峰面积，以浓度(μg/mL)为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制标准曲线，计算回归方程为  $y = 25181x - 6568.3$ ， $R^2 = 1$ 。表明在该方法的规定范围内，对照品的浓度和峰面积呈良好的线性关系。

#### 3.1.6. 溶液稳定性试验

规定的供试品制备方法制备供试品溶液，分别于在 0 小时，2 小时、4 小时、6 小时、12 小时、16 小

时、20 小时内进样测定峰面积，记录色谱图及峰面积，紫丁香苷测定的 RSD 值为 1。结果表明，本实验条件下，紫丁香苷在 20 小时内是比较稳定的。

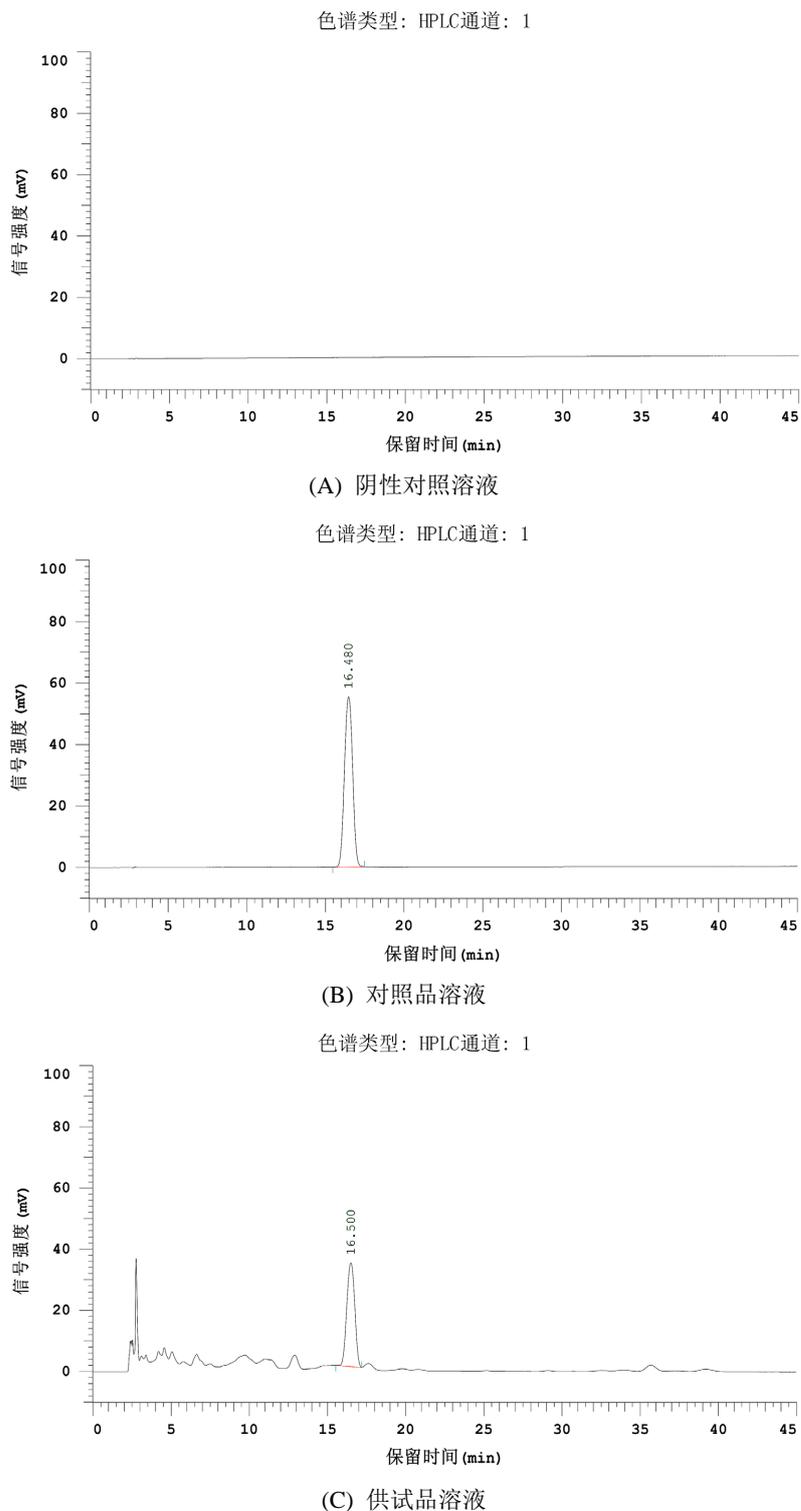


Figure 1. HPLC Chromatogram  
图 1. 高效液相色谱图

### 3.1.7. 重复性试验

分别制备 6 份供试品溶液, 参照色谱条件测定, 计算含量, 结果本批次样品的平均含量为 0.76 mg/g, RSD 为 1.0, 方法重复性良好。

### 3.1.8. 中间精密度试验

参照色谱条件以不同的人, 不同的日期制备六份供试品, 进样检测, 计算含量, 统计其偏差, 结果样品平均含量为 0.75 mg/g, RSD 为 0.6, 方法良好, 符合要求。

### 3.1.9. 回收率实验

实验取 9 份供试品 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 分别加入含紫丁香苷浓度为 155.08  $\mu\text{g/mL}$  的溶液 2.0 mL、4.0 mL、6.0 mL 各三份, 精密加入甲醇至 25 ml, 称定重量, 超声处理 30 分钟, 放冷, 再称定重量, 用甲醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 取续滤液。按照色谱条件测定计算紫丁香苷回收率见表 1, 结果其回收率均值为 96.9%, RSD 为 1.6。结果准确度试验达到要求, 表明该方法可行。

**Table 1.** Results of the sample recovery test (n-9)

**表 1.** 加样回收考察试验结果(n-9)

成分	样品含量(mg)	加入量(mg)	测定值(mg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD (%)
紫丁香苷	0.61793	0.31016	0.91323	95.21	96.9	1.6
	0.61946	0.31016	0.91851	96.42		
	0.62327	0.31016	0.92656	97.78		
	0.63418	0.62032	1.25798	100.56		
	0.62808	0.62032	1.22633	96.44		
	0.62892	0.62032	1.22776	96.54		
	0.62556	0.93048	1.52521	96.69		
	0.62488	0.93048	1.51415	95.57		
	0.62739	0.93048	1.53007	97.01		

## 3.2. 干膏率计算

称取 50 ml 提取液, 置干燥至恒重的蒸发皿中, 水浴蒸干, 残渣, 残渣于 105 $^{\circ}\text{C}$  干燥 3 h, 置干燥器中冷却 30 min, 迅速精密称定质量, 计算干膏率。

## 3.3. 刺五加配方颗粒制备工艺优化

### 3.3.1. 预实验

1) 浸泡时间考察 称取刺五加饮片 100 g, 参照常规加量添加 10 倍量水, 浸泡不同的时间后, 提取 1 次, 60 min。测定出膏率和紫丁香酸含量, 结果见表 2:

**Table 2.** Investigation of different soaking times

**表 2.** 不同浸泡时间考察

实验编号	浸泡时间(min)	紫丁香苷含量(mg/g)	紫丁香苷转移率(%)	浸出物(%)
01	0	7.83	21.08	34.23%
02	30	8.38	23.59	34.44%
03	60	8.39	22.68	34.45%

饮片刺五加的药用部位为干燥根及根茎,适当浸泡有助于有效成分溶出。表 1 中数据表明,浸泡对出膏率和浸出物影响较小,但适当浸泡时间会提高紫丁香苷转移率,且浸泡时间为 1 h 时紫丁香苷的转移率比 30 min 低,故优选浸泡 30 min 为宜。

## 2) 提取时间及加水量初步考察

以水为溶剂,选择不同加水倍数进行提取,以出膏率、紫丁香苷转移率为指标。取刺五加饮片 3 份,每份 100 g,置圆底烧瓶中,加水 6~9 倍,浸泡 30 分钟,煎煮,过 200 目,药渣依法再加水煎煮,过滤,合并滤液,混合,于 70℃减压浓缩,在 60℃下干燥,称重,测定干浸膏中、紫丁香苷含量并计算转移率,工艺条件和计算结果见表 3:

01 组:第一次加 8 倍水,提取 0.5 小时;第二次加 6 倍水,提取 0.5 小时。

02 组:第一次加 9 倍水,提取 0.5 小时;第二次加 7 倍水,提取 0.5 小时。

03 组:第一次加 9 倍水,提取 1 小时;第二次加 7 倍水,提取 1 小时。

04 组:第一次加 10 倍水,提取 1 小时;第二次加 7 倍水,提取 1 小时。

**Table 3.** Investigation of water addition ratio and extraction time

**表 3.** 加水倍数和提取时间考察

试验号	出膏率(%)	紫丁香苷(mg/g)	紫丁香苷转移率(%)	浸出物(%)
1	5.97	8.54	24.52	35.22
2	6.05	9.26	26.92	35.57
3	6.23	10.75	32.21	35.76
4	6.33	10.72	32.75	35.69

结果表明,加水量和提取时间均会对出膏率和紫丁香苷提取量有所影响。其中对紫丁香苷的溶出影响较大。但随着加水量的增加出膏率也会有所增加导致紫丁香苷的干粉含量有所下降,结合生产过程中节能降耗等需求加水量不易过多,提取时间也不易过长。优化后拟定正交参数。

### 3.3.2. 正交优化刺五加配方颗粒提取工艺

试验因素水平及结果:影响样品质量的主要因素有浸泡时间、煎煮时间、积水倍数、煎煮次数。考虑到生产以工业饮片投料,在预实验的基础上设定正交试验的开展因素设定为:提取次数(A)、提取时间(B)、加水量(C)。选用  $L_9(3^4)$  正交表,考察各参数,因素水平结果见表 4。

**Table 4.** Levels of the test factors

**表 4.** 试验因素水平

水平	因素		
	加水倍数(A)	提取时间(B)	提取次数(C)
1	7	0.5	1
2	9	1	2
3	11	1.5	3

**Table 5.** Positive experimental design and results

**表 5.** 正实验设计与结果

序号	因素				干膏率(%)	紫丁香苷含量 mg/g
	A	B	C	D		
1	1	1	1	1	3.9	7.5

续表

2	1	2	2	2	5.1	10.2
3	1	3	3	3	6.3	11.1
4	2	1	2	3	4.8	9.3
5	2	2	3	1	6.9	10.7
6	2	3	1	2	6.2	10
7	3	1	3	2	4.8	9.5
8	3	2	1	3	6.9	10.1
9	3	3	2	1	7.1	11.2
出膏率 K1	5.100	4.500	5.667	5.967		
K2	5.967	6.300	5.667	5.367		
K3	6.267	6.533	6.000	6.000		
S	1.167	2.033	0.333	0.633		
紫丁香苷含量 K1	9.600	8.767	9.200	9.800		
K2	10.000	10.333	10.233	9.900		
K3	10.267	10.767	10.433	10.167		
S	0.667	2.000	1.233	0.367		

**Table 6.** Analysis of variance results**表 6.** 方差分析结果

因素	自由度	F 比	F 临界值	显著性
出膏率 A	2	14.774	99.000	
B	2	101.113	99.000	*
C	2	14.452	99.000	
D	2			
紫丁香苷 A	2	7.772	9.000	
B	2	60.000	9.000	*
C	2	29.976	9.000	*
D	2			

正交结果分析正交试验及方差分析：结果见表 5、表 6。可见，各因素对出膏率作用强弱依次为 B > A > C；因素 B 对结果有显著影响。各因素对紫丁香苷的溶出作用强弱依次为 B > C > A；因素 B 和因素 C 对结果有显著影响。因此结果显示最佳提取工艺为 A<sub>3</sub>B<sub>3</sub>C<sub>3</sub>，根据大生产实际情况结合预实验结果综合考虑拟定工艺即浸泡 0.5h，提取两次，分别加 9，7 倍量水，提取时间均为 1 小时。

验证试验：取药材样品(批号为 2046801、2046901、2047001) 500 g，共 3 份，按最佳工艺提取，制备供试品溶液。其出膏率及紫丁香苷含量均接近正交试验表中数值，且重复性良好，工艺相对稳定合理，详见表 7。

**Table 7.** Experimental results of the extraction process verification test**表 7.** 小试提取工艺验证试验结果

饮片编号	饮片紫丁香苷含量(mg/g)	出膏率(%)	干膏粉紫丁香苷含量(mg/g)	紫丁香苷转移率(%)
2046801	0.208	6.18	10.36	30.78
2046901	0.206	5.91	10.83	31.07
2047001	0.222	6.55	9.92	29.27

### 3.4. 刺五加配方颗粒成型工艺研究

#### 3.4.1. 过滤及浓缩工艺参数考察

用上述工艺进行放大试验制备提取液,先经过多功能提取罐罐底的筛板(60目)粗滤后,再用不同目数的筛网过滤,分离去除细小的颗粒和无机杂质,以滤液外观和滤速为考察指标,对不同筛网目数进行考察后发现筛网目数达到300目时,滤液的外观澄清,分离效果较为理想;但是过滤时间随着目数的增加,也相应增加,当目数达到300目时,过滤时间明显延长,所以综合考虑过滤效果和过滤效率,筛网目数定为200目。

采用小型单效减压浓缩设备,分别对批号为CWJ-01-05的水提液进行浓缩,考察合适的浓缩终点。根据浓缩液的状态,浸膏相对密度在1.20时,已经粘稠,并且存在少量焦屑,所以浓缩液的相对密度不易超过1.20,同时兼顾到生产效率的问题,暂将相对密度控制在1.10~1.15(65℃测),需要结合后续干燥工艺来最终确定浓缩终点。

#### 3.4.2. 干燥工艺参数考察

中药浸膏的干燥方式常用的有鼓风干燥、低温真空干燥、喷雾干燥。鼓风干燥速度较慢。喷雾干燥速度较快,但干燥一些含糖性物料时,容易粘壁。脉冲低温真空干燥,其速度位于鼓风干燥和喷雾干燥之间,但任何物料均能很好地干燥,产业化也能很好的实现,据此,研究本品的脉冲低温真空干燥工艺。提取刺五加饮片500g,置圆底烧瓶中,按拟定工艺提取浓缩后进行干燥,测量其水分和紫丁香苷含量见表8。

Table 8. Research on drying process

表 8. 干燥工艺研究

试验号	干燥温度	干燥时间	干膏水分	厚度(mm)	收粉效果	紫丁香苷转移率
1	真空 60℃	48 小时	2.5%	3.0	不易收粉	30.78%
2	真空 60℃	60 小时	2.0%	3.5	易收粉	30.66%
3	真空 60℃	72 小时	2.5%	4.5	易收粉	30.95%
4	真空 70℃	36 小时	3.2%	3.0	不易收粉	30.71%
5	真空 70℃	48 小时	2.8%	3.5	易收粉	30.04%
6	真空 70℃	60 小时	2.7%	4.5	易收粉	30.84%

实验结果证明不同平铺厚度及干燥温度对设备利用效果(以厚度/时间计)均有不同影响,综合两者,选择平铺厚度在3.5mm左右,干燥温度在60℃(真空度-0.090MPa)较合适。

#### 3.4.3. 制粒工艺考察

中药浸膏粉制成颗粒,常用的制粒方法有湿法制粒、喷雾制粒、干法制粒。因干法制粒过程中,不加入溶剂,不受热,有效成分不易破坏,制粒后其指标成分与原粉一致。本研究优选干法制粒进行相关工艺参数研究。

##### 1) 制粒辅料考察

将干燥工艺考察所得的干膏粉碎,取适量,上干法制粒机上制粒,不加入辅料,采用常规参数,适当调节主轮、辅轮压力及进料速度,颗粒成型性和流动性良好,测试溶化性,观察在2min内即可完全溶化,溶液无沉淀;制备过程中没有出现粘辊和堵料的情况,制备过程较为流畅,表明本品在制粒过程中无需添加辅料即可直接进行制粒。

## 2) 制粒预实验

在线调节油压、螺杆转速、整粒转速和压辊转速这四个参数，连续运转，每隔一定时间调整参数并取样测定，以一次成粒率大于 50% 为指标，来筛选参数范围。通过筛选，确定主要参数范围为油压 8~15 kN，螺杆转速 15~30 rpm，整粒转速 100~130 rpm，压辊转速 5~10 rpm。

## 3) 制粒工艺筛选

根据预试验结果通过进一步调整工艺参数对制粒工艺进行优化，具体实施过程详见表 9：

**Table 9.** Implementation table for adjustment of pelletizing process parameters

**表 9.** 制粒工艺参数调整实施表

时间	参数	油压(kN)	螺杆转速 (rpm)	整粒转速 (rpm)	压辊转速 (rpm)	一次成型率(%)
1		8	15	130	5	47.0
2		8	15	130	5	47.3
3		8	15	130	5	48.7
4		10	20	120	7	49.4
5		10	20	120	7	50.2
6		10	20	120	7	51.5
7		12	25	110	8	57.3
8		12	25	110	8	59.8
9		12	25	100	8	62.4
10		15	30	100	10	61.5

由以上结果可得制粒工艺：油压 12 kN，螺杆转速 25 rpm，整粒转速 100 rpm，压辊转速 8 rpm。按上述工艺制备的颗粒，测定休止角，休止角小于 40 度，可以满足生产过程中的流动性需求。

## 3.5. 工艺验证方案

根据已确定的上述工艺进行 300 L 中试规模的三批工艺验证，同时所制样品用于质量标准的初步确定。考察工艺稳定性。三批中试研究结果见表 10：

**Table 10.** Summary of pilot research results

**表 10.** 中试研究结果汇总

试验批号	ZS-CWJ-Y01	ZS-CWJ-Y02	ZS-CWJ-Y03
药材批号	PF-468	PF-469	PF-470
饮片批号	2046801	2046901	2047001
投料量(kg)	20	20	20
饮片紫丁香苷含量(mg/g)	2.08	2.06	2.22
浓缩液相对密度(65℃)	1.07	1.06	1.08
出膏率(%)	6.24	6.05	6.62
转移率(%)	29.22	29.37	27.85
实际出粉量(kg)	1.20	1.19	1.28
干粉收率(%)	96.0	98.3	97.0
干膏粉紫丁香苷含量(mg/g)	9.74	10.00	9.34
制粒辅料加入量(g)	0.47	0.48	0.39

续表

实际颗粒量(kg)	1.65	1.66	1.65
颗粒收率(%)	98.80	99.40	98.80
颗粒紫丁香苷含量(mg/g)	8.0	7.9	8.0
颗粒水分(%)	2.1	2.4	2.0
颗粒浸出物(%)	31.0	31.5	31.1

工艺验证三批, 出膏率的范围为 6.05%~6.62%, 紫丁香苷转移率范围为 27.85%~29.37%, 紫丁香苷出膏率转移率均在可接受范围内, 说明工艺可行且三批验证的重现性良好。

### 3.6. 质量指标传递

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 以甲醇-水(16:84)为流动相; 检测波长 265 nm。理论板数按紫丁香苷峰计算应不低于 2000。

对照品溶液的制备 取紫丁香苷对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1 ml 含 80.0  $\mu\text{g}$  的溶液, 即是。

供试品溶液的制备 取本品粗粉约 0.1 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入甲醇 25 ml, 密塞, 称定重量, 超声处理(功率 250 W, 频率 33 kHz) 30 分钟, 放冷, 再称定重量, 用甲醇补足减失的重量, 摇匀, 过滤, 取续滤液, 即得。

测定法 精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10  $\mu\text{l}$ , 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

转移率 = (标准汤剂干粉含量  $\times$  出膏率/饮片含量)  $\times$  100%。详见表 11。

Table 11. Quality index detection results and transmission situation

表 11. 质量指标检测结果及传递情况

品种/批号	出膏率(%)	醇浸出物(%)	紫丁香苷 mg/g	紫丁香苷转移率(%)	薄层
饮片 2046801		9.8	2.08	-	+
饮片 2046901		9.9	2.06	-	+
饮片 2047001		10.0	2.22	-	+
干膏粉 PFY-46801	6.21	36.9	10.47	31.26	+
干膏粉 PFY-46901	6.41	34.2	10.30	32.05	+
干膏粉 PFY-47001	6.53	33.2	9.95	29.27	+
CWJ-KL-20200501		31.0	8.0	24.0	+
CWJ-KL-20200502		31.5	7.9	23.2	+
CWJ-KL-20200503		31.1	8.0	23.8	+

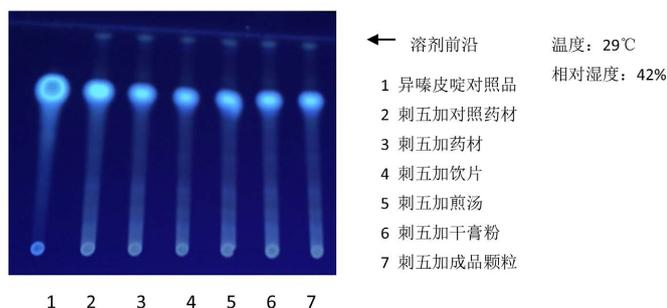


Figure 2. Quantity transfer of *Acanthopanax senticosus* formula granules

图 2. 刺五加配方颗粒的量值传递

## 4. 讨论

本研究采用单因素试验结合正交试验对刺五加配方颗粒制备工艺进行探究,经小试的提取、浓缩、干燥、制粒工艺研究,其制备工艺初具雏形,后又经小试放大、中试放大三批验证,对主要工艺过程参数的控制得到质量稳定的工艺。紫丁香苷是刺五加配方颗粒中的主要有效成分,本研究首次对刺五加配方颗粒中紫丁香苷含量测定方法进行研究。通过对含量测定方法的研究表明该方法稳定性和重复性良好,适用于刺五加配方颗粒含量的检测,可以为刺五加配方颗粒质量标准的提供依据。对三批刺五加配方颗粒检测的结果显示:3批刺五加配方颗粒中紫丁香苷的含量存在一定差异,但总体保持相对恒定,表明在同一原料来源和稳定工艺情况下,不同批次的刺五加配方颗粒含量相对稳定。

同时考察在制剂过程中的质量传递情况,按照拟定的标准对三批成品进行质量检验,结果表明三批样品的出膏率、醇浸出物、紫丁香苷含量及转移率均在质量指标范围之内,薄层鉴别图谱主斑点一致(见图2),说明产品质量稳定可靠,制备工艺合理。本研究填补了刺五加配方颗粒量值传递研究的空白,为其后期质量标准制定研究提供参考。

## 参考文献

- [1] 国家药典委员会. 中国药典 2020 年版(一部) [S]. 北京: 中国医药科技出版社, 2020: 215-216.
- [2] (明)李时珍. 本草纲目(下册) [M]. 北京: 人民卫生出版社, 1985: 2108-2111.
- [3] 江苏新医学院. 中药大辞典[M]. 上海: 上海人民出版社, 1977: 381-383.
- [4] 国家中药学管理局《中华本草》编委会. 中华本草: 第五册[M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1999: 765-766.
- [5] 贾继明, 王宏涛, 王宗权, 等. 刺五加的药理活性研究进展[J]. 中国现代中药, 2010, 12(2): 7-10, 18.
- [6] 国家药典委员会. 中国药典[M]. 北京: 中国医药科技出版社, 2020: 215.
- [7] 潘景芝, 金莎, 崔文玉, 等. 刺五加的化学成分及药理活性研究进展[J]. 食品工业科技, 2019, 40(23): 353-360.
- [8] 蓝义和, 赵绍撰, 王树藩, 等. 刺五加的功用[J]. 中原医刊, 1982(1): 37-38.
- [9] Ríos, J.L., Giner, R.M. and Prieto, J.M. (2002) New Findings on the Bioactivity of Lignans. *Studies in Natural Products Chemistry*, **26**, 183-292. [https://doi.org/10.1016/s1572-5995\(02\)80008-4](https://doi.org/10.1016/s1572-5995(02)80008-4)
- [10] Niu, H., Hsu, F., Liu, I. and Cheng, J. (2007) Increase of  $\beta$ -Endorphin Secretion by Syringin, an Active Principle of *Eleutherococcus senticosus*, to Produce Antihyperglycemic Action in Type 1-Like Diabetic Rats. *Hormone and Metabolic Research*, **39**, 894-898. <https://doi.org/10.1055/s-2007-993154>
- [11] Jantan, I., Ahmad, W., Kumolosasi, E. and Bukhari, S.N.A. (2015) Immunostimulatory Effects of the Standardized Extract of *Tinospora crispa* on Innate Immune Responses in Wistar Kyoto Rats. *Drug Design, Development and Therapy*, **9**, 2961-2973. <https://doi.org/10.2147/dddt.s85405>
- [12] 张崇禧, 张倩, 蔡恩博, 等. HPLC 比较刺五加茎与短梗五加茎中紫丁香苷及异嗪皮啶的含量[J]. 中成药, 2010, 32(2): 254-256.
- [13] 国家食品药品监督管理总局. 中药配方颗粒管理办法(征求意见稿) [Z]. 2015-12-24.