

文章编号: 1004-4353(2020)04-0352-07

## 益津降糖颗粒质量标准改进研究

满小溪<sup>1</sup>, 许春燕<sup>1\*</sup>, 高光男<sup>2</sup>, 杨德智<sup>2</sup>, 闵俊哲<sup>1\*</sup>

(1. 延边大学 药学院, 吉林 延吉 133002; 2. 延边朝药药业有限公司, 吉林 龙井 133400)

**摘要:** 为改进益津降糖颗粒中甘草、仙人掌的定性鉴别和人参皂苷 Re 含量的测定方法, 采用薄层层析色谱 (thin layer chromatography, TLC) 对甘草、仙人掌进行了定性鉴别优化, 采用高效液相色谱 (high-performance liquid chromatography, HPLC) 对人参皂苷 Re 含量进行了测定, 并对分析条件进行了优化。色谱条件: Sepax Bio-C18 (4.6 mm×250 mm, 5.0  $\mu$ m) 为色谱柱, 0.05% 磷酸溶液-乙腈 (体积比为 80:20) 为流动相, 流速为 1.0 mL/min, 检测波长为 203 nm。实验结果显示, TLC 谱图中甘草和仙人掌的相邻斑点均呈现规则的圆形, 且分离度良好; 人参皂苷 Re 在 0.05~10  $\mu$ g 范围内呈良好线性关系 ( $R^2=0.9997$ ), 且精密度、重复性、稳定性实验的 RSD 值均小于 2.48%, 同时阴性对照无明显干扰。因此, 本文方法可为提高益津降糖颗粒的质量检测标准提供参考。

**关键词:** 甘草; 仙人掌; 人参皂苷 Re; 质量标准; 薄层色谱法; 高效液相色谱法

中图分类号: R917

文献标识码: A

## Improvement of quality standard method for Yijinjiangtang Granules

MAN Xiaoxi<sup>1</sup>, XU Chunyan<sup>1\*</sup>, GAO Guangnan<sup>2</sup>, YANG Dezhi<sup>2</sup>, MIN Junzhe<sup>1\*</sup>

(1. College of Pharmacy, Yanbian University, Yanji 133002, China;

2. Yanbian Korean-Medicine Pharmaceutical Co. Ltd., Longjing 133400, China)

**Abstract:** The study aims to improve the method for quantitative determination of ginsenoside Re and qualitative identification of licorice and cactus in Yijinjiangtang Granules. The qualitative analysis of licorice and cactus was carried on thin layer chromatography (TLC). The quantitative analysis was performed by high-performance liquid chromatography (HPLC) and the analysis conditions were optimized on a Sepax Bio-C18 column (4.6 mm×250 mm, 5.0  $\mu$ m), with optimum mobile phase was 0.05% phosphoric acid solution-acetonitrile (volume ratio 80:20), the flow rate was 1.0 mL/min and detection wavelength was 203 nm. Those results demonstrated spots of licorice and cactus are achieved complete separation. Moreover, Ginsenoside Re exhibit a good linear relationship in the range of 0.05-10  $\mu$ g ( $R^2=0.9997$ ). In addition, the RSD values of precision, repeatability, and stability experiments are all less than 2.48%, respectively. Finally, significant interference is no detected between granules and negative control groups. This study could provide a reference for improvement of Yijinjiangtang Granules quality standard.

**Keywords:** licorice; cactus; ginsenoside Re; quality standard; thin layer chromatography; high-performance liquid chromatography

益津降糖颗粒由吉林延边朝药药业有限公司 生产, 该颗粒由人参、白术(炒)、茯苓、仙人掌、甘

收稿日期: 2020-08-31

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(81360487)

\* 通信作者: 许春燕(1977—), 女, 博士, 讲师, 研究方向为生物标志物筛选方法; 闵俊哲(1975—), 男, 博士, 教授, 研究方向为手性代谢组学及糖组学。

草5味药材制成,具有健脾益气、生津止渴的功效,常用于治疗II型糖尿病。益津降糖颗粒于2002年正式获得新药证书,2005年其质量标准由新药试行标准转为正式标准。在该颗粒的原有质量标准中,甘草、仙人掌在定性鉴别时存在斑点不清晰和无相应对照品斑点的问题,而且人参皂苷Re未采用2020年版《中国药典》<sup>[1]</sup>规定的方法进行测定(采用的是薄层斑点扫描法)。为此,本文对益津降糖颗粒方剂中的甘草、仙人掌的定性鉴别进行优化,并对人参皂苷Re采用高效液相色谱(HPLC)进行含量测定改进,以此完善益津降糖颗粒的质量标准。

## 1 材料

### 1.1 仪器

高效液相色谱仪(Primaide)和紫外检测器,HITACHI公司;紫外灯分析仪(ZF-1),上海金鹏分析仪器有限公司;多功能超纯水系统(Unique-R20),厦门锐思捷水纯化技术有限公司;超声波清洗器(KQ-250DE),昆山市超声仪器有限公司;电子天平(AL-104),上海梅特勒-托利多仪器有限公司;电子天平(DV215CD),上海奥豪斯国际贸易有限公司;漩涡混合器(XH-C),金坛市白塔新宝仪器厂;电热恒温鼓风干燥箱(OHG-907385-III),上海新苗医疗器械有限公司。

### 1.2 试剂

人参皂苷Re(批号为110754-201827)、人参皂苷Rg1(批号为110703-201933)、人参(批号为120917-201712)、甘草(批号为120904-201620)、仙人掌(批号为121283-201303),均购于中国药品生物制品检定所;益津降糖颗粒(批号分别为T20180801、T20180802、T20180901、T20180902),由延边朝药药业有限公司提供;不含甘草的益津降糖颗粒阴性对照药品、不含仙人掌的益津降糖颗粒阴性对照药品、不含人参的益津降糖颗粒阴性对照药品,均由延边朝药药业有限公司实验室配制;硅胶G薄层板,青岛海洋化工厂分厂;聚酰胺薄膜板,浙江省台州市路桥四甲生化塑料厂;乙腈(色谱纯)、甲醇(色谱纯),天津赛孚瑞科技有限公司;无水乙醇,天津市科密欧化学试剂有限公司;超纯水,延边大学药学院实验室制备;三氯甲

烷(分析纯),北京化工厂;正丁醇(分析纯)、丙酮(分析纯)、甲苯,沈阳市华东试剂厂;工业乙酸乙酯,延吉浩然化工有限公司;甲酸、氢氧化钠,上海阿拉丁生化科技股份有限公司。

## 2 检验方法

### 2.1 定性鉴别

#### 2.1.1 人参的定性鉴别

取10.0586g研细的装量差异项下的益津降糖颗粒内容物置于索氏提取器中,加入适量的甲醇后加热回流6h;蒸干提取液,残渣加水30mL,用水饱和正丁醇振摇提取 $5 \times 20$  mL;合并正丁醇提取液,用质量分数为2%的氢氧化钠溶液洗涤 $4 \times 40$  mL;去除氢氧化钠洗液后用50 mL正丁醇饱和水洗涤1次,去除水层后取正丁醇液;旋干正丁醇液,残渣加甲醇后将其转移至5 mL容量瓶中,稀释至刻度后作为供试品溶液。

取人参对照药材0.6032g,按照供试品溶液的制备方法制成对照药材溶液。另取对照品人参皂苷Rg1和Re,加甲醇制成1 mg/mL的混合溶液(作为对照品溶液)。取不含人参的阴性对照品10.0074g,按照供试品溶液的制备方法制成阴性对照溶液。按照2020年版《中国药典》四部通则0502中的TLC方法对人参进行定性鉴别。吸取上述4种溶液各4  $\mu$ L,分别点于硅胶G薄层板上,然后以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水(体积比为15:40:22:10)的下层溶液为展开剂(温度低于10℃)展开,晾干后喷硫酸-乙醇溶液(体积比为1:9)显色,并在105℃下加热约3 min。供试品与对照药材、对照品的TLC结果如图1所示。

#### 2.1.2 甘草的定性鉴别

取10.0276g研细的装量差异项下的益津降糖颗粒内容物置于索氏提取器中,加入适量的乙醚后加热回流1h;过滤,弃去乙醚液,药渣再加入适量的甲醇后加热回流3h;过滤,蒸干提取液,残渣加40 mL水使其溶解;用水饱和的正丁醇振摇提取 $3 \times 20$  mL,然后合并正丁醇提取液;水洗3次,弃去水层,蒸干正丁醇液,残渣加甲醇使其溶解;将溶液转移至5 mL容量瓶中,定容、摇匀后将其作为供试品溶液。

取甘草对照药材1.0072g,按照供试品溶液

的制备方法制成对照药材溶液. 取不含甘草的阴性对照品 10.026 6 g, 按照供试品溶液的制备方法制成阴性对照溶液. 按照 2020 年版《中国药典》四部通则 0502 中的 TLC 方法对甘草进行定性鉴别. 吸取上述 3 种溶液各 4  $\mu$ L, 分别点于硅胶 G 薄层板上, 以甲苯-三氯甲烷-甲醇(体积比为 5 : 5 : 1)为展开剂展开, 晾干后喷硫酸-乙醇溶液(体积比为 1 : 9)显色, 并在 105  $^{\circ}$ C 下加热 3 min. 供试品与对照药材的 TLC 结果如图 1 所示.

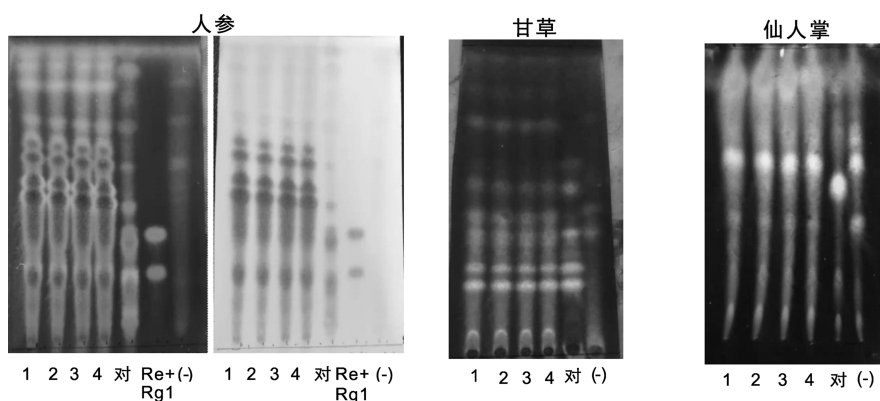
### 2.1.3 仙人掌的定性鉴别

取 2.009 6 g 研细的装量差异项下的益津降糖颗粒内容物置于索氏提取器中, 加入体积分数为 70% 的乙醇并浸泡 12 h; 过滤, 旋干滤液, 然后加 10 mL 水使其溶解; 用乙酸乙酯提取  $3 \times 20$  mL, 然后合并乙酸乙酯提取液; 过滤, 旋干滤液,

加入 1 mL 甲醇即得供试品溶液.

取仙人掌对照药材 4.006 1 g 置于索氏提取器中, 加入适量的水后加热回流 4 h; 过滤, 用乙酸乙酯提取  $3 \times 20$  mL, 然后合并乙酸乙酯提取液; 过滤, 旋干滤液, 加入 1 mL 甲醇即得对照药材溶液.

取不含仙人掌的阴性对照品 2.006 7 g, 按照供试品溶液的制备方法制成阴性对照溶液. 按照 2020 年版《中国药典》四部通则 0502 中的 TLC 方法对仙人掌进行定性鉴别. 吸取上述 3 种溶液各 4  $\mu$ L, 分别点于同一聚酰胺薄膜板上, 然后以丙酮-甲醇-水-甲酸(体积比为 3 : 3 : 5 : 1.5)为展开剂展开, 晾干后喷三氯化铝-乙醇溶液(1 g 三氯化铝溶于 100 mL 乙醇溶液)显色, 并在 105  $^{\circ}$ C 下加热 3 min. 供试品与对照药材的 TLC 结果如图 1 所示.



1—4 为供试品; 对为对照药材; Re+Rg1 为人参对照品; (—) 为阴性对照品

图 1 人参、甘草和仙人掌的 TLC 图

## 2.2 人参皂苷 Re 的含量测定

### 2.2.1 对照品、供试品及阴性对照溶液的制备

1) 对照品溶液的制备. 精密称取人参皂苷 Rg1 对照品和人参皂苷 Re 对照品, 然后加入甲醇制成 0.2 mg/mL 的混合溶液, 摇匀后即得对照品溶液.

2) 供试品溶液的制备. 取 2.002 3 g 研细的装量差异项下的内容物置于索氏提取器中, 加入适量的三氯甲烷后加热回流 3 h; 挥干溶剂后的药渣用 50 mL 正丁醇溶解, 然后移入 100 mL 锥形瓶中; 超声 30 min, 过滤, 量取续滤液 25 mL, 蒸干; 残渣加甲醇溶解, 并转移至 5 mL 容量瓶中定容, 摇匀, 过滤, 所得滤液即为供试品溶液.

3) 阴性对照溶液的制备. 称取不含人参的阴

性对照颗粒 2.008 0 g, 与供试品同法制备即得阴性对照溶液.

### 2.2.2 HPLC 谱图的获取

色谱柱为 Sepax Bio-C18 (4.6 mm  $\times$  250 mm, 5.0  $\mu$ m), 检测波长为 203 nm, 柱温为 40  $^{\circ}$ C, 流速为 1.0 mL/min, 进样量为 5  $\mu$ L. 参考 2020 年版《中国药典》(一部) 人参项下的条目及文献[2-9]对 A、B 两种流动相考察. A 相为乙腈-水溶液, 洗脱梯度为: 0~35 min, 19% 乙腈; 35~55 min, 19%~29% 乙腈; 55~70 min, 29% 乙腈; 70~100 min, 29%~40% 乙腈. B 相为乙腈-0.05% 磷酸溶液(体积比为 20 : 80). 人参皂苷 Rg1、Re 的标准品和供试品的 HPLC 图如图 2 所示.

### 2.2.3 方法学考察

1)线性关系考察. 分别取 5  $\mu$ L 不同浓度的人参皂苷 Re(0.01、0.05、0.1、0.2、1.0、2.0 mg/mL), 然后按 2.2.2 色谱条件测定其峰面积. 以峰面积的积分值为纵坐标、人参皂苷 Re 的浓度为横坐标绘制标准曲线, 其线性结果如表 1 所示.

2)精密度试验. 精密吸取 5  $\mu$ L 进样(2.2.1 中制备的人参皂苷 Re 对照品溶液), 试验结果如表 2 所示. 由表 2 可知, 人参皂苷 Re 对照品溶液的 RSD 值为 2.48%, 这表明色谱系统的响应值具有良好的重复性.

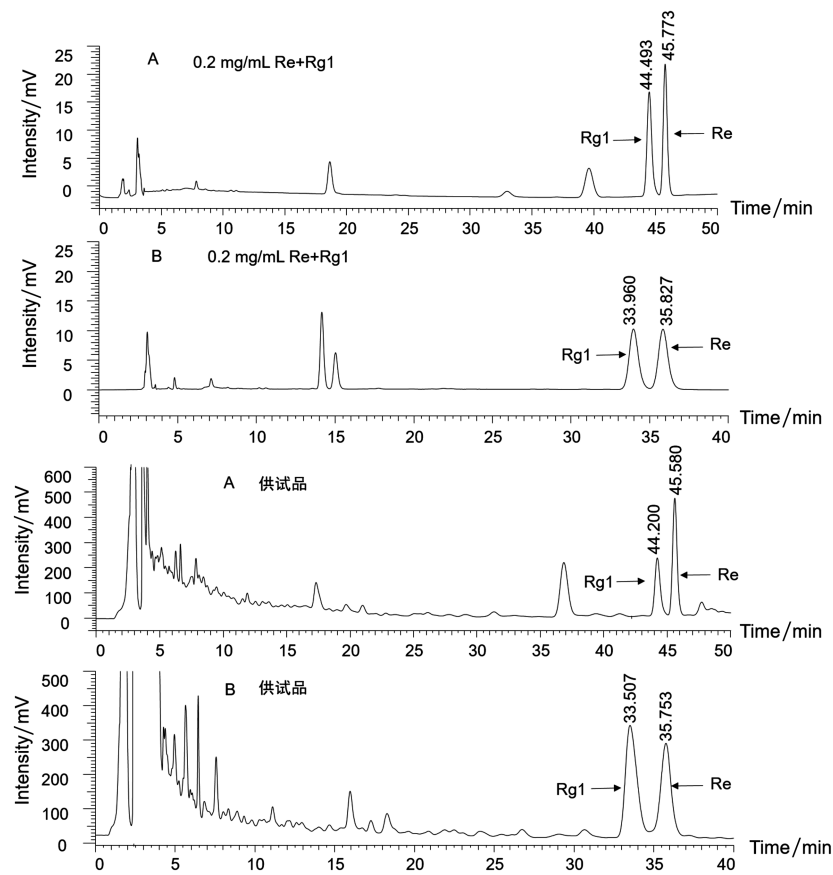


图 2 不同流动相下人参皂苷 Rg1、Re 的 HPLC 图

表 1 人参皂苷 Re 的标准曲线方程及检测限

成分	线性范围/(mg/mL)	标准曲线方程	线性关系( $R^2$ )	RSD/% ( $n=3$ )	检测限/( $\mu$ g/mL)
人参皂苷 Re	0.01~2.0	$y=241811x+8416$	0.9997	0.18~8.92	1.0

表 2 人参皂苷 Re 精密度的试验结果 ( $n=5$ )

成分	实验序号					平均值	RSD/%
	1	2	3	4	5		
人参皂苷 Re	311 689	306 445	317 358	321 783	326 226	316 700	2.48

3)稳定性试验. 精密吸取 5  $\mu$ L 进样(2.2.1 中制备的人参皂苷 Re 对照品溶液), 并间隔 2 h 进样, 结果如表 3 所示. 由表 3 可知, 在 72 h 内人参皂苷 Re 的峰面积的平均值为 229 737, RSD 值为

1.22%, 这表明人参皂苷 Re 在 72 h 内稳定.

4)专属性试验. 分别吸取 5  $\mu$ L 2.2.1 中制备的对照品溶液、供试品溶液和阴性对照溶液, 按 2.2.2 中的色谱条件测定其 HPLC, 结果如图 3 所

示,由图 3 可以看出:供试品色谱中有与对照品一致的色谱峰,并且该峰与其他峰相分离;阴性对照溶液(空白试验)中未出现干扰峰,即不干扰主成分的测定.由此表明,上述实验的分析方法具有专属性.

5)加标回收试验.精密称取 5 mg 人参皂苷 Re 对照品,再称取研细的装量差异项下的内容物约 2 g,然后将二者置于同一索氏提取器中;加入 50 mL 的三氯甲烷后加热回流 3 h,然后将挥干溶剂的药渣连同滤纸移入 100 mL 锥形瓶中,加 50 mL 正丁醇,浸泡过夜;超声 30 min(功率为 250 W,频率为 50 kHz),过滤;弃去初滤液,量取续滤液 25 mL,旋干;残渣加入甲醇使其溶解后将其转移至 5 mL 容量瓶中,定容至刻度;摇匀,过滤,取续滤液按 2.2.2 中的方法进样,结果如表 4 所示.

由表 4 可以看出,供试品溶液中的人参皂苷 Re 的回收率为 85.40%~116.09%,平均回收率为 92.88%,RSD 值为 12.43%.

表 3 人参皂苷 Re 对照品溶液的稳定性试验结果 (n=5)

日期	时刻	峰面积
2019-07-11	20:34	224 673
2019-07-11	22:36	231 558
2019-07-12	0:38	231 014
2019-07-12	02:40	231 906
2019-07-12	4:42	226 619
2019-07-12	6:45	227 595
2019-07-13	23:58	228 664
2019-07-13	3:01	229 600
2019-07-13	20:28	234 527
2019-07-14	11:23	231 900
2019-07-14	14:26	229 056

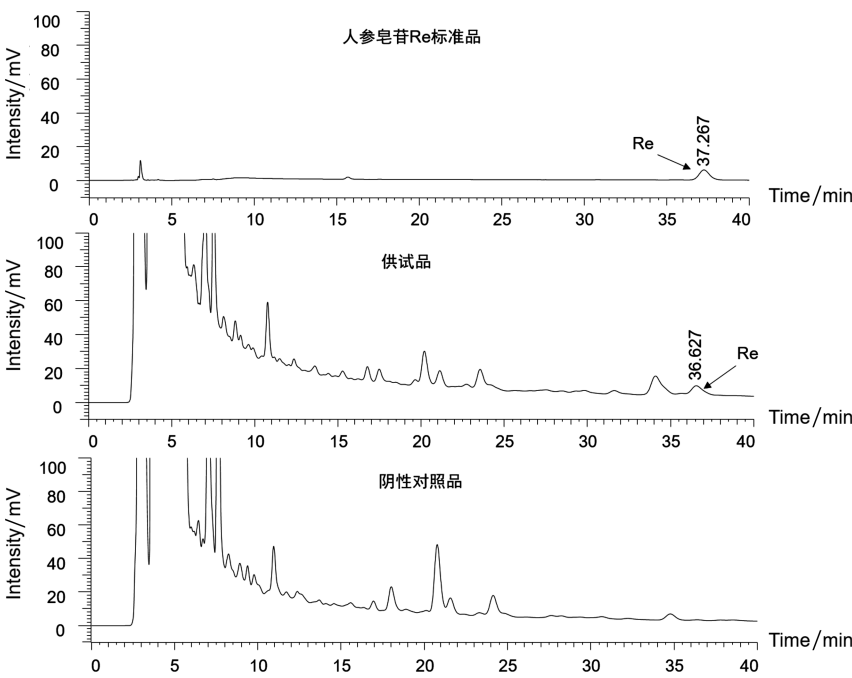


图 3 人参皂苷 Re 标准品、益津降糖颗粒供试品、阴性对照溶液的 HPLC 图

表 4 益津降糖颗粒供试品的回收试验结果

编号	供试品称样的质量/g	供试品中含人参皂苷 Re 的质量/g	加入人参皂苷 Re 的质量/g	测得的人参皂苷 Re 的质量/g	回收率/%
1	2.002 2	0.002 0	0.005 05	0.005 86	116.09
2	2.002 0	0.002 0	0.005 06	0.004 32	85.40
3	2.002 6	0.002 0	0.005 02	0.004 55	90.69
4	2.002 4	0.002 0	0.005 06	0.004 57	90.27
5	2.005 2	0.002 0	0.004 97	0.004 32	86.97
6	2.002 5	0.002 0	0.005 05	0.004 44	87.84



2.2.4 实际样品含量测定

按照 2.2.2 中的方法对 4 个批次的供试品(T20180801、T20180802、T20180901、T20180902)进行测定,结果如表 5 所示.由表 5 可以看出,人参皂苷 Re 的 RSD 值为 2.88%,且每个批次样品中的人参皂苷 Re 的含量均大于 1.2 mg(每袋益津降糖颗粒为 5 g,且规定每袋中人参皂苷 Re 的含量不低于 3 mg,因此 2 g 益津降糖颗粒应含人参皂苷 Re 不低于 1.2 mg),由此表明益津降糖颗粒制剂中的人参皂苷 Re 的含量符合益津降糖颗粒的质量要求.

表 5 供试品中人参皂苷 Re 含量的测定结果(n=3)				
编号	批号	样品质量/g	峰面积	含量/mg
1	20180801	2.003 5	256 220	2.05
2	20180802	2.003 1	274 890	2.20
3	20180901	2.002 4	265 071	2.12
4	20180902	2.004 4	264 924	2.12
平均值		2.003 4	265 276	2.13

3 结果与分析

3.1 定性鉴别

本文选用 2020 年版《中国药典》规定的方法对甘草进行前处理.由该方法得到的甘草斑点纯净,通过斑点的深浅即可判定甘草的量.对 3 种展开剂(乙酸乙酯-甲酸-乙酸-水(体积比为 15 : 1 : 1 : 2)、甲苯-三氯甲烷-甲醇(体积比为 5 : 5 : 1)和丙酮-水-甲酸(体积比为 1 : 1 : 0.1))进行比较可知,当使用甲苯-三氯甲烷-甲醇为展开剂(体积比为 5 : 5 : 1)时,供试品色谱在对照药材色谱的相应位置上显示出 8 个颜色相同的斑点,且斑点的分离度和显色均优于其他两种展开剂,同时阴性对照无明显干扰(见图 1);因此,本文选择甲苯-三氯甲烷-甲醇(体积比为 5 : 5 : 1)为展开剂.

采用体积分数为 70%的乙醇溶液制备仙人掌对照药材溶液进行仙人掌定性鉴别时,供试品溶液、对照品溶液的斑点不在同一位置,不具有对应性;而采用水溶液制备仙人掌对照药材溶液进行仙人掌定性鉴别时,供试品溶液与对照品溶液

的斑点出现在同一位置,即具有良好的对应性,这可能是 70%乙醇的仙人掌提取物的溶解度优于水提取物的缘故<sup>[11-12]</sup>,进而使仙人掌对照药材溶液中所含提取物的质量浓度高于供试品中所含提取物的质量浓度.在文献[13-15]研究基础上,本文利用不同展开剂(三氯甲烷-甲醇-甲酸(体积比为 2 : 3 : 1)和丙酮-甲醇-水-甲酸(体积比为 3 : 3 : 4 : 1.5))对仙人掌的展开效果和不同比例甲酸对仙人掌展开斑点拖尾现象的影响进行了考察.考察结果显示,使用展开剂丙酮-甲醇-水-甲酸(体积分数比为 3 : 3 : 4 : 1.5)时,供试品色谱在对照药材色谱的相应位置上显示出 6 个相同颜色的规则斑点,且斑点的分离度和显色均优于另一种展开剂,同时阴性对照无明显干扰(见图 1);因此,本文选择丙酮-甲醇-水-甲酸(体积分数比为 3 : 3 : 4 : 1.5)为展开剂.

3.2 定量测定

由图 2 可知,2020 年版《中国药典》中规定的流动相和乙腈-0.05%磷酸水(体积比为 20 : 80)流动相均可以使人参皂苷 Rg1、Re 达到完全分离(分离度≥1.5).但是,使用 2020 年版《中国药典》中规定的流动相所获得的标准品和供试品的色谱图中 Re 的峰面积均显著大于 Rg1 的峰面积,且分析时间较长(人参皂苷 Rg1、Re 的出峰时间为 45 min,梯度洗脱时间为 115 min);而使用乙腈-0.05%磷酸水(体积比为 20 : 80)流动相,不仅可以明显改善 Rg1 和 Re 的吸收强度,使二者的峰面积接近,而且可减少分析时间(人参皂苷 Rg1、Re 的出峰时间为 35 min,梯度洗脱时间为 45 min).

4 结论

本文利用 TLC 方法,以甲苯-三氯甲烷-甲醇(体积分数比为 5 : 5 : 1)和丙酮-甲醇-水-甲酸(体积分数比为 3 : 3 : 4 : 1.5)为展开剂,分别对益津降糖颗粒方剂中的甘草、仙人掌的定性鉴别进行优化表明,优化后的甘草和仙人掌在定性鉴别时其分离度、重现性、专属性均良好.利用 HPLC 方法(以 Sepax Bio-C18 为色谱柱,0.05%磷酸溶液-乙腈为流动相)对人参皂苷 Re 含量进行测定表明,该方法精密度、重复性、稳定性实验

的 RSD 值均小于 2.48%, 同时阴性对照无明显干扰. 另外 HPLC 方法的测定时间比 2020 年版《中国药典》中规定的方法缩短了 70 min, 且明显改善 2020 年版《中国药典》规定方法中存在的人参皂苷 Re 和 Rg1 的色谱峰响应值差异较大的问题. 综上, 本文研究结果可为药企提高产品质量和检测速度提供参考.

### 参考文献:

- [1] 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: 8, 88.
- [2] 高钧, 卢守四, 张蕾, 等. 人参皂苷 Re 促进胰高血糖素样肽-1 分泌的研究[J]. 中国药物与临床, 2011, 11(12): 1383-1385.
- [3] 张丽英. 人参皂苷 Re 对糖尿病早期抗氧化和抗细胞凋亡作用的研究[D]. 长春: 吉林大学, 2012.
- [4] ZHANG L N, WANG S Y, QU B Q, et al. Efficient separation determination of protopanaxatriol ginsenosides Rg1, Re, Rf, Rh1, Rg2 by HPLC[J]. Pharmaceutical and Biomedical Analysis, 2019, 170: 48-53.
- [5] ZHANG X Q, MA R J, LIU X J, et al. Simultaneous determination of ginsenoside Rg1, Re and notoginsenoside R1 in human plasma by LC-MS/MS and its application in a pharmacokinetic study in Chinese volunteers[J]. Biomedical Chromatography, 2016, 30(12): 1915-1921.
- [6] ZHU H L, LIN H Q, TAN J, et al. UPLC-QTOF/MS-based nontargeted metabolomic analysis of mountain and garden-cultivated ginseng of different ages in northeast china[J]. Molecules, 2018, 24(1): 33.
- [7] WU H C, LIU H M, BAI J, et al. Simultaneous determination of notoginsenoside R1, ginsenoside Rg1, ginsenoside Re and 20(S) protopanaxatriol in beagle dog plasma by ultra high performance liquid mass spectrometry after oral administration of a *Panax notoginseng* saponin preparation[J]. Journal of Chromatography B, 2015, 974: 42-47.
- [8] DAI G L, JIANG Z T, ZHU L J, et al. Simultaneous determination of notoginsenoside R1 and ginsenoside Re in rat plasma by ultra high performance liquid chromatography with tandem mass spectrometry and its application to a pharmacokinetic study[J]. Journal of Separation Science, 2016, 39(17): 3368-3374.
- [9] 郝少君, 李文俊, 张正臣. 舒脉宁注射液中人参皂苷 Rg1 和 Re 的含量测定[J]. 河北医药, 2014, 36(8): 1236-1237.
- [10] 李玉平, 胡宇莉, 苏亮. 清肺颗粒中甘草的薄层鉴别方法研究[J]. 饲料博览, 2015(9): 5-7.
- [11] 郭琪. 仙曲片质量控制标准研究[D]. 银川: 宁夏医科大学, 2018.
- [12] 周胜男, 褚翠翠, 陆宁. 食用仙人掌中黄酮类物质的提取研究[J]. 食品工业科技, 2008, 29(2): 228-230.
- [13] 郑弘, 秦会珍, 施钧瀚, 等. 毒热清颗粒的质量标准研究[J]. 中国医药科学, 2016, 6(19): 64-67.
- [14] 沈丽娟, 徐飞, 齐海峰, 等. 益津降糖颗粒质量标准的研究[J]. 中国现代应用药学, 2003, 20(3): 215-217.
- [15] 吴树君. 益津降糖胶囊中主要成分的定性实验研究[J]. 职业与健康, 2009, 25(5): 484-485.