

doi:10.11751/ISSN.1002-1280.2021.08.06

中药制剂归芎益母散的质量标准研究

吴雪琴, 孙研*, 王胜义, 王磊, 吴亮红, 岳鹏, 崔东安*

(中国农业科学院兰州畜牧与兽药研究所甘肃省中兽药工程技术研究中心, 中国农业科学院兰州兽医研究所, 甘肃 兰州 730050)

[收稿日期] 2021-01-12 [文献标识码] A [文章编号] 1002-1280 (2021)08-0039-09 [中图分类号] S859.79

[摘要] 为了研究归芎益母散的质量标准, 为控制产品质量做奠基。采用薄层色谱法对归芎益母散中的益母草、红花、当归、川芎定性鉴别研究、使用 ELSD 对盐酸水苏碱进行定量鉴别研究。定性鉴别结果图中, 益母草、红花、当归、川芎的斑点清晰, 专属性强; 定量鉴别结果显示归芎益母散阴性对照无干扰, 方法具有专一性。盐酸水苏碱在 $0.0507 \sim 0.8115 \text{ mg/mL}$ ($R^2 = 0.9996$) 的范围内与峰面积的外标对数呈良好的线性。加样回收率 107.15% , RSD 为 1.90% 。研究所建立的方法操作简单, 重现性好, 准确可靠, 所建立的标准可以有效控制归芎益母散的质量。

[关键词] 归芎益母散; 定性鉴别; 盐酸水苏碱定量鉴别

Study on the Quality Standard of Gui Xiong Yi Mu San

WU Xue-qin, SUN Yan*, WANG Sheng-yi, WANG Lei, WU Liang-hong, YUE Peng, CUI Dong-an*

(Lanzhou Institute of Husbandry and Pharmaceutical Sciences, Gansu Provincial Veterinary Medicine Engineering and Technology Research Center, Gansu, Lanzhou 730050, China)

Corresponding author: CUI Dong-an, E-mail: 751826907@qq.com; SUN Yan, E-mail: sunyan_01@126.com

Abstract: To study the quality standard of Guixiong Yimu powder and lay a foundation for the quality control of the product. Leonurus Japonicus, Safflower, Angelica Sinensis and ligusticum Chuanxiong in Guixiong Yimusan were identified by Thin layer chromatography, and stachydrine hydrochloride was identified by ELSD. Results: the spots of Leonurus japonicus, safflower, Angelica Sinensis and ligusticum Chuanxiong were clear and the specificity was strong in the results of qualitative identification. Stachydrine hydrochloride showed a good linear relationship with the external standard logarithm of peak area in the range of $0.0507 \sim 0.8115 \text{ mg/mL}$ ($R^2 = 0.9996$). The recovery was 107.15% , RSD was 1.90% . Conclusion: The method established in this study is simple, reproducible, accurate and reliable, the established standard can effectively control the quality of Guixiong Yimu powder.

Key words: Guixiong Yimu powder; qualitative identification; quantitative identification of Stachydrine Hydrochloride

基金项目: 农产品质量安全监管(2130109); 宁夏回族自治区重点研发项目(2019BEF02003); 兰州市人才创新创业项目(2018-RC-91)

作者简介: 吴雪琴, 主要从事中兽药产品质量研究。

通讯作者: 崔东安, E-mail: 751826907@qq.com; 孙研, E-mail: sunyan_01@126.com

归芎益母散是以中兽医学理、法、方、药为基础,遵循君臣佐使原则,结合中药研究,研制出的复方散剂,是由益母草、当归、川芎、红花、香附和甘草^[3]等中药制成的散剂,益母草对子宫有双向调节作用,可以降低产后子宫的 $\text{TNF}-\alpha$ 、基质金属蛋白酶抑制物 (TIMP-1) 水平,启动止血修复机制,并加快细胞外基质 (ECM) 降解,从而加速产后子宫修复^[1-2]。当归、川芎和红花是中兽医经典活血化瘀药材,对子宫均有调节作用,可加速子宫内残留蜕膜及分泌物排出,促进产后子宫修复^[4-6]。甘草具有抗炎、抗氧化、抗肿瘤、抗菌、抗病毒等多种作用^[7]。其临床试验验证,功效主要有“活血化淤、行气止痛”,主要用于奶牛产后恶露不行,胎衣不下,血瘀腹痛等症^[6]。

为探索归芎益母散的质量控制指标及方法,采用薄层色谱法对归芎益母散中的中药成分进行定性鉴别,采用高效液相色谱法对“归芎益母散”中的盐酸水苏碱进行定量测定等多方面研究归芎益母散的质量标准。从而保证该中兽药复方制剂的产品质量,使其在临床安全有效使用,以此达到减少奶牛因胎衣不下而引发的各种相关疾病,提高奶制品质量,促进我国奶牛养殖业的发展的目标。

1 材料与方法

1.1 材料

1.1.1 仪器 蒸发光检测器高效液相色谱仪(安捷伦科技有限公司);点样仪(SP-20E,上海科哲有限公司);薄层色谱成像仪(Goodlook-1000,上海科哲有限公司);微量分析天平(RADWAG Wagi Elektroniczne);电子天平(AL104,梅特勒有限公司);超声波清洗器(昆山洁力美超声仪器有限公司);硅胶 G 板(200 mm × 100 mm,国药集团化学试剂有限公司);电热套(上海瑞兹仪器设备有限公司)。

1.1.2 药品 归芎益母散(中国农业科学院兰州畜牧与兽药研究所研制)。盐酸水苏碱(批号:110712-201614,中国食品药品检定研究院)、益母草(120912-201209,中国食品药品检定研究院)当

归(120927-201315,中国食品药品检定研究院)、川芎(120918-201411,中国食品药品检定研究院)、红花(120907-201412,中国食品药品检定研究院)。

甲醇、乙腈为色谱纯;丙酮、正己烷、乙醇、盐酸、硫氰酸铬铵、丙酮、硫酸银、氯化钡、冰醋酸等均为分析纯。

1.2 方法

1.2.1 定性鉴别

1.2.1.1 益母草的 TCL 样品溶液的制备:取归芎益母散 3.5 g 置锥形瓶中,再加入 50 mL 无水乙醇,摇匀,超声处理 30 min,滤过,滤液蒸干,残渣加 0.1 mol/L 盐酸溶液 10 mL 使溶解,滤过,滤液加入新配制的雷氏铵盐饱和溶液 15 mL,4 ℃ 放冷 1 h,滤过,沉淀加约 20 mL 水洗涤,滤过,加丙酮 2 mL 使溶解,作为供试品溶液。取其他批次的样品做重复。

阴性对照溶液的制备:根据处方比例,去除益母草后,将各个药按比例称取,按照归芎益母散样品溶液处理方法,制成阴性对照溶液。

对照药材溶液的制备:称取对照药材益母草 1.0005 g 置锥形瓶中,加 10 mL 无水乙醇,摇匀,同法制成对照药材溶液。

对照品的制备:精密称取对照品盐酸水苏碱 10.0006 mg 置 5 mL 容量瓶中,加甲醇定容,即为 2.0003 mg/mL 的对照品溶液。

测定方法:参照薄层色谱法(附录 43 页)试验^[8],分别取 10 μL 阴性对照溶液、三批不同批次的样品溶液,5 μL 对照药材溶液、对照品溶液,依次点于硅胶 G 板上,将丙酮:无水乙醇:盐酸(10:6:1)混合液作为展开剂,展开,取出。于 105 ℃ 加热 15 min,放冷后喷以稀碘化铋钾试液:三氯化铁试液(10:1),晾干,日光下检视。

1.2.1.2 当归、川芎的薄层鉴别 样品溶液的制备:取归芎益母散 5 g 置锥形瓶中,加正己烷 50 mL,超声处理 30 min,过滤后,将滤液蒸干后,加 1 mL 正己烷溶解残渣,即为样品溶液。取其他批次

的样品做重复^[8]。

阴性对照溶液的制备:根据处方比例,去除当归和川芎后,将各个药按比例称取,按照归芎益母散样品溶液处理方法,制成阴性对照溶液。

对照药材溶液的制备:取当归对照药材 1 g,川芎对照药材 1 g,当归、川芎混合对照药材 1 g(当归对照药材、川芎对照药材各 0.5 g),按照归芎益母散样品溶液处理方法,制成对照药材当归、川芎以及当归和川芎混合溶液。

方法测定:参照薄层色谱法(附录 43 页)试验^[8],分别取 3 μ L 阴性对照溶液、三批不同批次的样品溶液,2 μ L 当归和川芎混合对照药材溶液、当归对照药材溶液、川芎对照药材溶液,依次点于硅胶 G 板上,将石油醚(60 ~ 90 $^{\circ}$ C):乙酸乙酯(10:0.4)作为展开剂,展开,取出后晾干,并置紫外灯(365 nm)检视。

1.2.1.3 红花的薄层鉴别 样品溶液的制备:取归芎益母散 10.0000 g 置锥形瓶中,再加 80% 丙酮 50 mL,摇匀后超声处理 15 min,过滤,蒸干滤液,加 5 mL 80% 丙酮溶解残渣,作为样品溶液^[9-10]。取其他批次的样品做重复。

阴性对照溶液的制备:根据处方比例,去除红花后,将各个药按比例称取,按照归芎益母散样品溶液处理方法,制成阴性对照溶液。

对照药材溶液的制备:称取对照药材红花 0.5003 g 置锥形瓶中,加入 5 mL 80% 丙酮,摇匀后超声处理 15 min,静置,取上清,作为对照药材溶液。

方法测定:参照薄层色谱法(附录 43 页)试验^[8],分别取 10 μ L 阴性对照溶液、三批不同批次的样品溶液,5 μ L 对照药材溶液,依次点于硅胶 G 薄层板上,将乙酸:乙酯丁酮:甲酸:水(5:3:1:1)混合液作为展开剂,展开后,取出,晾干,日光下检视。

1.2.2 归芎益母散中盐酸水苏碱含量测定

1.2.2.1 溶液的制备 样品溶液的制备:精密称取归芎益母散 2.0002 g 置圆底烧瓶中,加 50 mL

70% 乙醇后称重,回流 2 h,放冷,70% 乙醇加足重量,离心,精密吸取上清液 25 mL,蒸干,用 0.1 mol/L/mL 稀盐酸 25 mL 溶解,离心(3000 转/分) 10 min,倾出上清液,加少量 0.1 mol/L/mL 稀盐酸洗涤沉淀,洗液合并入上清液,并加入新配制的 2.5% 硫氰酸铬铵溶液 20 mL,振摇,置冰浴(4 $^{\circ}$ C)中 3 h,离心(3000 转/分) 10 min,弃去上清液,沉淀用少量冰水洗涤后,弃去洗液,加 2 mL 丙酮使溶解。丙酮液中滴加 0.5% 硫酸银溶液 6 mL,离心(3000 转/分) 10 min,倾出上清液,沉淀用少量丙酮洗涤,合并洗液与上清液并滴加 1% 氯化钡溶液 2 mL,离心(3000 转/分) 10 min,倾出上清液,沉淀用 70% 乙醇洗涤,洗液加入上清液,蒸干,加适量 70% 乙醇使其残渣溶解,并转移至 5 mL 量瓶中,定容,即得归芎益母散样品溶液。

对照品溶液的制备:精密称取 3.375 mg 对照品盐酸水苏碱置 10 mL 容量瓶,加甲醇溶解并定容,即得 0.0375 mg/mL 的盐酸水苏碱对照品溶液。

阴性对照液的制备:根据处方比例,去除益母草后,将各个药按比例称取,按照归芎益母散样品溶液处理方法,制成阴性对照溶液。

1.2.2.2 色谱条件 色谱柱: Venusil HILIC (250 mm $\times$ 4.6 mm, 5 μ m, 天津博纳艾杰尔科技有限公司); 乙腈: 0.2% 乙酸水溶液(83:17); 体积流量 0.8 mL/min; 蒸发光散射器; 柱温 25 $^{\circ}$ C; 检测器温度 50 $^{\circ}$ C, 雾化室温度 80 $^{\circ}$ C; 进样量 10 μ L。理论塔板数按盐酸水苏碱峰计算均不低于 5000。

1.2.2.3 专属性试验 分别吸取 1.2.2.1 中对照品盐酸水苏碱溶液、归芎益母散样品溶液、去除益母草的其他药阴性对照液各 10 μ L 进样,记录色谱峰。

1.2.2.4 线性范围考察 分别精密称定盐酸水苏碱对照品 8.115 mg 置 10 mL 容量瓶,加甲醇溶解并定容,摇匀,制成含盐酸水苏碱为 0.8115 mg/mL 的对照品储备溶液。分别精密吸取对照品储备液适量,加甲醇稀释成含盐酸水苏

碱 0.115、0.40575、0.202875、0.1014375、0.05071875 mg/mL 的系列溶液,精密吸取 10 μ L,按照上述色谱条件注入色谱仪,以测定峰面积对数对盐酸水苏碱浓度进行回归分析。

1.2.2.5 精密度试验 取盐酸水苏碱对照品浓度为 0.285 mg/mL 溶液,按 2.1.2.2 色谱条件连续进样 6 次,记录峰面积,并计算 *RSD*。

1.2.2.6 日间稳定性考察 取 2.1.2.1 中样品溶液,按 2.1.2.2 色谱条件分别在 0、4、8、12、24 h 吸取该样品溶液 10 μ L,进样、测定并记录峰面积,并计算 *RSD*。

1.2.2.7 重复性试验 精密称定取同一批样品 6 份 2.0 g,按“样品溶液制备”项下操作,按 2.1.2.2 色谱条件进样测定,记录峰面积,并计算 *RSD*。

1.2.2.8 准确性试验 取已知含有量的样品 6

份,精密称定 2 g,按样品已知含量的 100% 加入盐酸水苏碱标准品 1.116 mg/mL 各加 3.3 mL。按 2.1.2.1 “样品溶液制备”项下,按 2.1.2.2 色谱条件进样测定,记录峰面积后计算加样回收率,并计算 *RSD*。

2 结果与分析

2.1 定性鉴别结果

2.1.1 益母草的薄层鉴别 益母草的定性鉴别结果见图 1,图中,归芎益母散样品在与盐酸水苏碱对照品相应的位置上,显示相同颜色的斑点,阴性对照样品无相应斑点,但阴性对照样品与益母草对照药材有相同颜色的斑点。参考女金丸、产康复颗粒、四物益母丸等制剂的质量标准中益母草的鉴别^[9],仅保留盐酸水苏碱对照品作为鉴别对照,方法具有专一性。

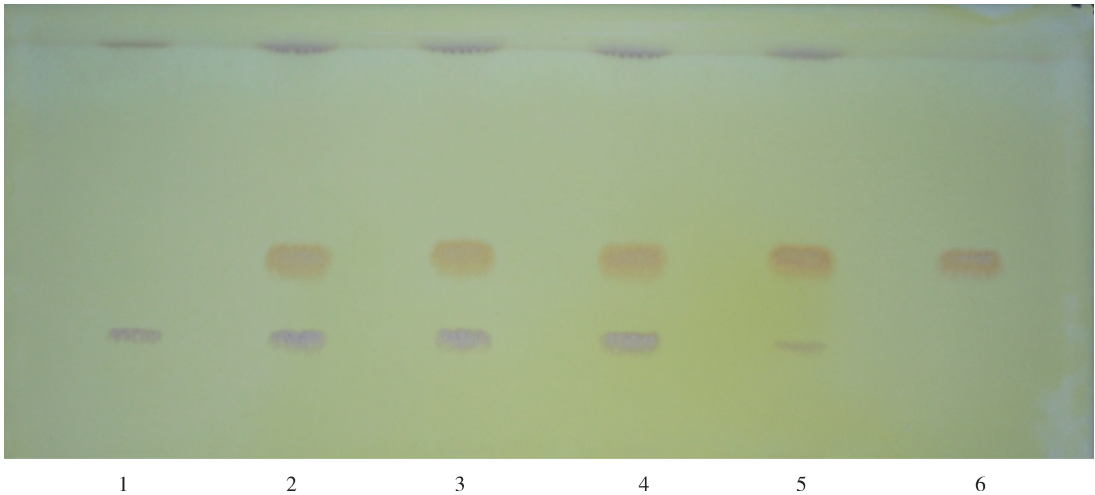


图 1 归芎益母散中益母草的的 TLC 图

1: 阴性对照样品; 2-4: 三批归芎益母散样品 5 益母草对照药材; 6 盐酸水苏碱对照品

Fig 1 TLC Diagram of motherwort in Guixiong Yimusan

1: Negative Control Sample; 2-4: Three batches of Guixiong Yimusan sample
5 motherwort control material; 6 Stachydrine Hydrochloride Control Material

2.1.2 当归、川芎的薄层鉴别 当归、川芎的薄层鉴别结果见图 2。图中,归芎益母散样品在与对照药材相应的位置上,显示相同的颜色的荧光斑点。

2.1.3 红花的薄层鉴别 红花的薄层鉴别结果见图 3。图中,归芎益母散样品在与对照药材相应的位置上,显示相同的颜色的主斑点。阴性样品无相

应的斑点,斑点清晰,方法具有专一性。

2.2 归芎益母散中盐酸水苏碱含量测定结果

2.2.1 专属性试验结果 试验结果中,样品中盐酸水苏碱峰型对称度好,阴性样品在盐酸水苏碱处无吸收,无干扰归芎益母散的测定。理论塔板数按盐酸水苏碱计为 9698。试验结果见图 4-图 6。

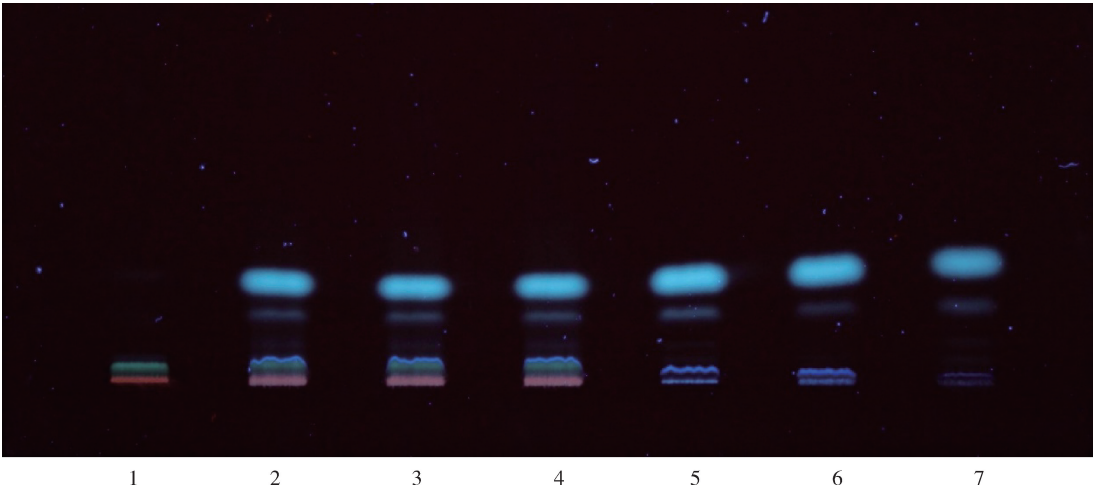


图 2 归芎益母散中当归、川芎的 TCL

图 1: 阴性样品; 2-4: 三批归芎益母散样品; 5: 川芎、当归混合标准药材样品; 6: 川芎标准药材样品; 7: 当归标准药材样品;

Fig 2 TCL Diagram of motherwort in Guixiong Yimusan

1: Negative Sample; 2-4: Three Batches of Guixiong Yimusan; 5: Mixed Standard Medicinal Materials of Chuanxiong and Angelica; 6: Standard Medicinal Materials of Chuanxiong; 7: Standard Medicinal Materials of Angelica;

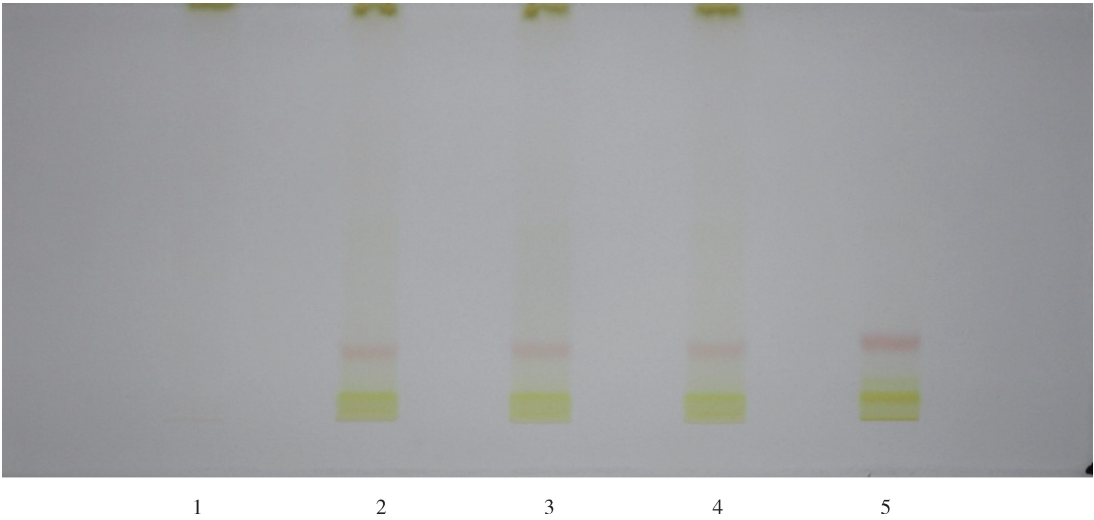


图 3 归芎益母散中红花的 TCL 图

1: 阴性样品; 2-4: 三批归芎益母散样品; 5: 红花药材样品;

Fig 3 TCL Diagram of motherwort in Guixiong Yimusan

1: Negative Sample; 2-4: Three Batches of Guixiong Yimusan; 5: Safflower Medicinal Material Sample;

2.2.2 线性范围考察 以盐酸水苏碱对照品浓度对数为横坐标(x), 色谱峰面积对数为纵坐标(y), 进行线性回归, 得出回归方程 $y = 1.54x + 0.5123$, $R^2 = 0.9996$, 见图 7, 结果表明, 盐酸水苏碱浓度在 0.0507 ~ 0.8115 mg 范围与峰面积对数呈良好的线性关系。

2.2.3 精密度试验 计算 RSD , $RSD(n = 6)$ 为 0.83%, 表明本方法精密度良好, 可以满足含量测定要求。试验结果见表 1。

2.2.4 日间稳定性试验 计算含量和 RSD , $RSD(n = 6)$ 为 0.66%, 表明样品在 24 h 内稳定, 试验结果见表 2。

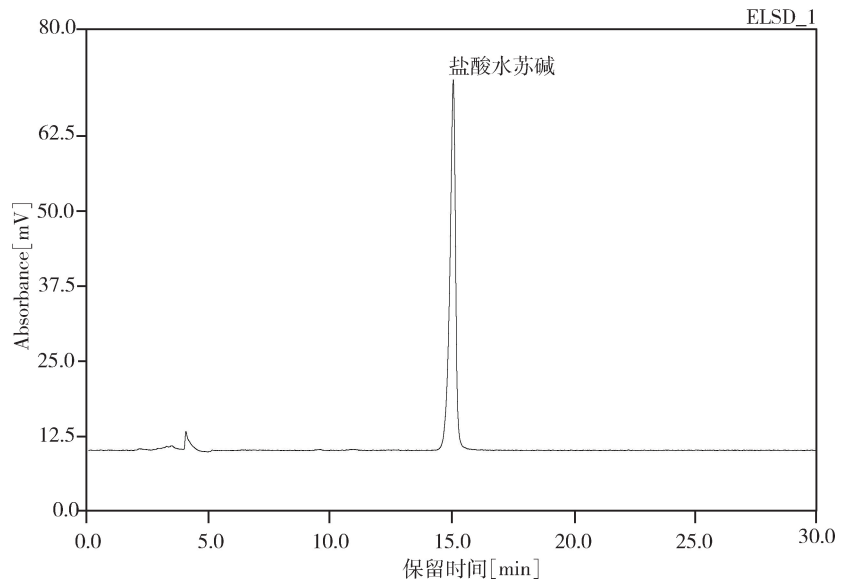


图 4 盐酸水苏碱对照品色谱图

Fig 4 Chromatogram of stachydrine hydrochloride standard

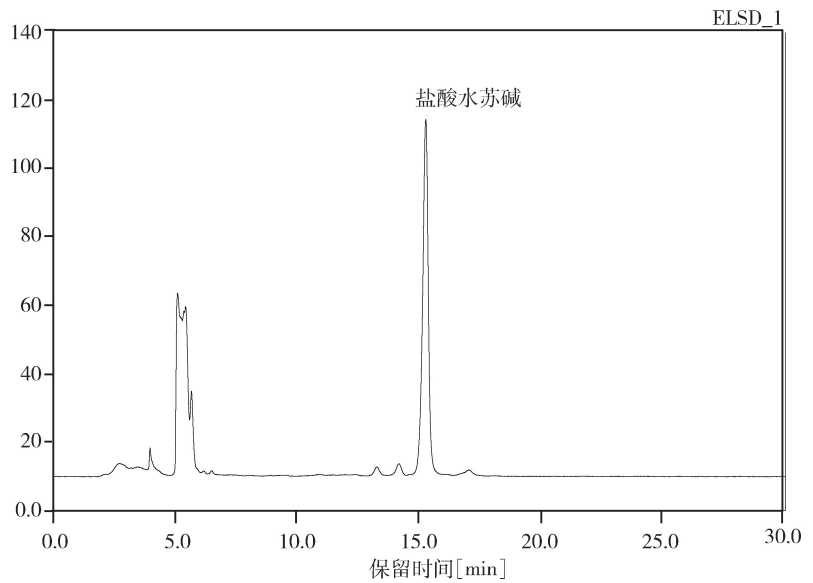


图 5 归芎益母散供试品中盐酸水苏碱色谱图

Fig 5 Chromatogram of stachydrine hydrochloride in Guixiong Yimusan

表 1 盐酸水苏碱精密度试验结果表

Tab 1 Precision test results of stachydrine hydrochloride

编号	峰面积	RSD
1	16.5681	0.83%
2	16.7829	
3	16.5749	
4	16.7458	
5	16.7919	
6	16.4568	

表 2 盐酸水苏碱日间稳定性试验结果表

Tab 2 Results of daily Stability Test of stachydrine hydrochloride

时间	峰面积	盐酸水苏碱含量/(mg·g ⁻¹)	RSD
0	32.8438	2.2440	0.66%
4	32.6737	2.2364	
8	32.3534	2.2222	
12	31.9938	2.2061	
24	32.3267	2.2210	

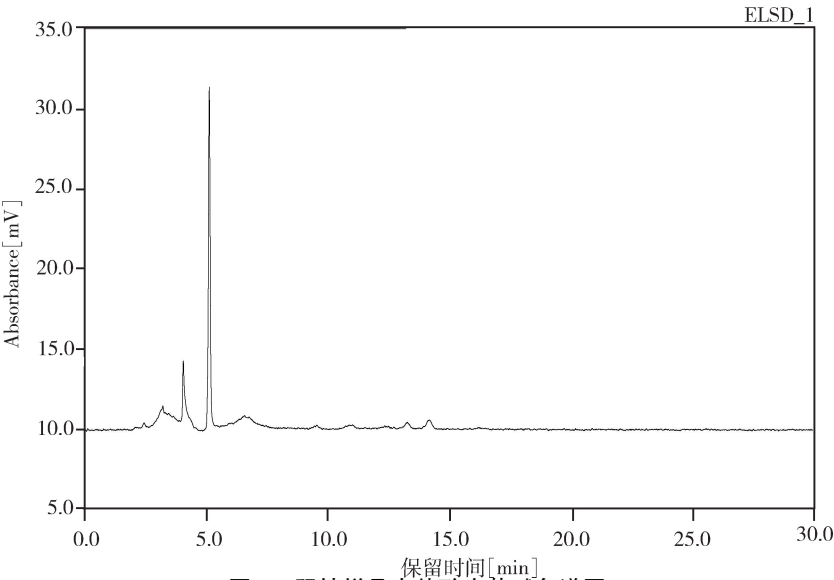


图 6 阴性样品中盐酸水苏碱色谱图

Fig 6 Chromatogram of stachydrine hydrochloride in negative sample

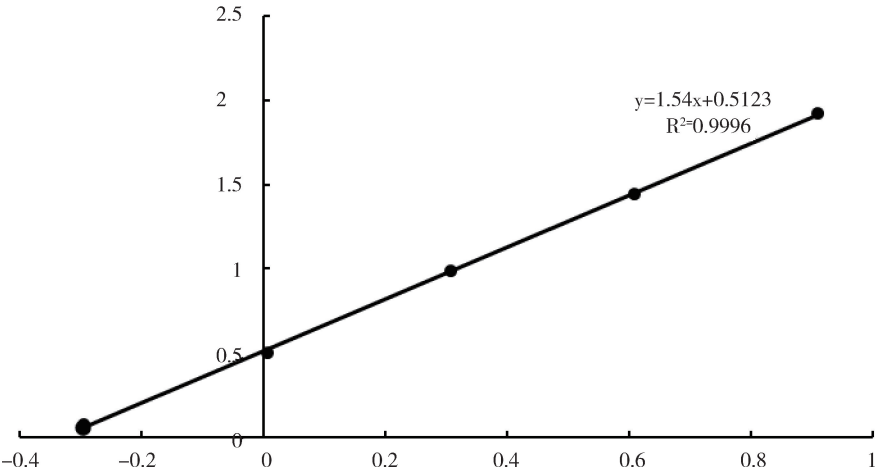


图 7 标准曲线

Fig 7 Standard curve

2.2.5 重复性试验 计算含量和 RSD , $RSD(n=6)$ 分别为 1.25%, 表明样品制备方法重复性良好。试验结果见表 3。

表 3 盐酸水苏碱重复性试验结果表

Tab 3 Results of repeatability test of

stachydrine hydrochloride

编号	峰面积	含量/ $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$	RSD
1	33.2373	2.2614	1.25%
2	34.9025	2.3343	
3	33.7309	2.2831	
4	33.2373	2.2614	
5	33.2234	2.2608	
6	33.5024	2.2731	

2.2.6 准确性试验 计算回收率和 RSD , 样品中盐酸水苏碱平均回收率($n=6$)为 107.15%, RSD 为 1.90%。试验结果见表 4。

回收率计算公式为:

$$\text{回收率}\% = \frac{C - A}{B} \times 100\%$$

式中: A 为样品所含被测成分量, B 为加入对照品量, C 为实测量。

2.2.7 样品测定试验 经测定, 三批盐酸水苏碱的平均含量分别为 2.320、2.294、2.201 mg/mL , $RSD = 2.75\%$, 说明不同批号的川芎益母散中盐酸水苏碱的含量稳定。

表 4 盐酸水苏碱加样回收试验结果表

Tab 4 Recovery test results of stachydrine hydrochloride

编号	样品含量/(mg·g ⁻¹)	加样量/(mg·mL ⁻¹)	测得值/(mg·g ⁻¹)	加样回收率/%	平均回收率/%	RSD/%
1	2.320	1.116	4.325	107.78%	107.15%	1.90%
2	2.320	1.116	4.240	103.22%		
3	2.320	1.116	4.306	106.74%		
4	2.320	1.116	4.335	108.31%		
5	2.320	1.116	4.337	108.46%		
6	2.320	1.116	4.336	108.41%		

表 5 样品测定盐酸水苏碱试验结果表

Tab 5 experimental results of stachydrine hydrochloride determination

批号	盐酸水苏碱含量/(mg·g ⁻¹)	RSD
1	2.320	2.75%
2	2.294	
3	2.201	

3 讨 论

益母草作为归芎益母散中的君药,其盐酸水苏碱含是衡量归芎益母散制剂质量的重要指标性成分,对盐酸水苏碱使用 ELSD 法进行定量研究,且结果表明此法测定归芎益母散中的盐酸水苏碱专属性强、稳定性好、精密度高,且阴性无干扰。对君药益母草和辅药川芎、当归和红花进行 TCL 研究,结果表明归芎益母散样品在与对照品相应的位置上,显示相同的颜色的主斑点,阴性样品无相应的斑点,TLC 鉴别方法斑点清晰,专属性强,重现性好。因此通过对归芎益母散中益母草、川芎、当归和红花的定性鉴别及盐酸水苏碱的含量测定,能够有效控制归芎益母散质量。

在归芎益母散中益母草的 TCL 研究中,色谱方法参照 2015 版《中国药典》一部 1006 页^[11],阴性对照样品与益母草对照药材色谱图中有相同颜色的斑点,但与对照品盐酸水苏碱无对应的斑点,参考药典中女金丸、产康复颗粒、四物益母丸等制剂的质量标准中益母草的鉴别^[12],仅保留盐酸水苏碱对照品作为鉴别对照。

在红花 TLC 鉴别方法中,将归芎益母散样品及

对照药材红花提取液蒸干时,使用减压浓缩法至干,不可水浴蒸干。

在测定归芎益母散中盐酸水苏碱含量时,制备供试品过程中:加 20 mL2.5% 硫氰酸铬铵溶液后,冰浴(4℃)时间越久,测定含量呈上升趋势,3 h 为最佳,因此冰浴时间为 3 h。在加 1% 氯化钡溶液前浓缩为 1 mL 与不浓缩均对测定盐酸水苏碱含量结果无明显差异,因此在实验中加入 1% 氯化钡溶液前不浓缩。

4 结 论

研究建立的君药益母草、辅药川芎、当归和红花进行 TLC 鉴别阴性对照无干扰、斑点清晰且专属性较强。益母草中盐酸水苏碱的含量测定方法简便易行,重现性较好,为控制和评价归芎益母散的质量提供科学依据。

参考文献:

[1] 乔晶晶,吴啟南,薛 敏,等. 益母草化学成分与药理作用研究进展[J]. 中草药, 2018, 49(23): 5691-5704.
Qiao J J, Wu Q A, Xue M, *et al.* Advances in studies on chemical constituents and pharmacological actions of leonurus heterophyllus[J]. Chinese herbal medicine, 2018, 49(23): 5691-5704.

[2] 肖裕章,毕海林,胡 军,等. 益母草有效成分及在畜牧业中的应用研究概况[J]. 中兽医杂志, 2019, 38(01):35-37.
Xiao Y Z, Bi H L, Hu J, *et al.* A survey of studies on effective constituents of leonurus heterophyllus and their application in animal husbandry [J]. Journal of Chinese Veterinary Medicine, 2019,38(01): 35-37.

[3] 宿树兰,华永庆,段金廛,等. 当归-川芎挥发性成分与其抗子宫痉挛活性相关性分析[J]. 中国实验方剂学杂志, 2009,

- 15(2):64-67.
- Su S L, Hua Y Q, Duan J A, *et al.* Correlation Analysis between volatile components of *Angelica sinensis* - *ligusticum Chuanxiong* and its anti - uterine spasm activity[J]. Chinese Journal of Experimental Pharmaceutics, 2009,15(2): 64-67.
- [4] 张学全. 益母康颗粒的安全性评价[D]. 聊城大学,2019,6.
Zhang X Q. Safety evaluation of Yimukang Granule [D]. Liaocheng University,2019,6.
- [5] 史向华,高波,柴秋彦. 羟基红花黄色素 A 对小鼠离体子宫平滑肌收缩力的影响[J]. 山西中医学院学报, 2011, 12(5):7-8.
Shi X H, Gao B, Chai Q Y. Effect of hydroxysafflor yellow a on contractility of isolated mouse uterine smooth muscle[J]. Journal of Shanxi College of Traditional Chinese medicine, 2011,12(5): 7-8.
- [6] 黄雪利,王胜义,王磊,等. 归芎益母散治疗奶牛血瘀型胎衣不下的扩大临床试验研究[J]. 中国兽医杂志, 2018,9(5): 96-100.
Huang X L, Wang S Y, Wang L, *et al.* An expanded clinical trial of Guixiong yimu powder in the treatment of retained placenta of blood stasis type in dairy cows[J]. Chinese Journal of Veterinary Medicine, 2018,9(5):96-100.
- [7] 李玉山. 甘草次酸的药理作用及制备工艺研究进展[J]. 化学与黏合,2015,37(06):458-463.
Li Y S. Research progress in pharmacological action and preparation of glycyrrhetic acid [J]. Chemistry and adhesion, 2015,37(06):458-463.
- [8] 温馨,江耀伦,陈素珍,等. 大七厘散中大黄及当归薄层色谱鉴别方法改进[J]. 中国药业,2017,26(14):7-9.
Wen X, Jiang Y L, Chen S Z, *et al.* Improvement of TLC identification of radix et rhizoma rhei and radix angelicae sinensis in daqili powder[J]. China pharmaceutical, 2017,26(14): 7-9.
- [9] 贾勇,崔志海,赵金秀. 慢粒灵胶囊药用成分质量控制研究[J]. 西部医学,2016,28(11):1606-1610.
Jia Y, Cui Z H, Zhao J X. Study on the quality control of medicinal ingredients in manliling capsule [J]. Western medicine, 2016,28(11): 1606-1610.
- [10] 杨思广,费丽娜,毕娜. 《正骨先行散》药品质量标准研究[J]. 中国药物经济学,2017,12(08):42-46.
Yang S G, Fei L N, Bi N. Study on quality standard of Zhengguxianxingsan[J]. Chinese pharmacoeconomics, 2017,12(08): 42-46.
- [11] 中国兽药典委员会,中华人民共和国兽药典二部,2015[S].
Commission of the Veterinary Pharmacopoeia of China, Part II, 2015[S].
- [12] 中国药典委员会,中华人民共和国药典一部,2015[S].
Chinese Pharmacopoeia Commission, Pharmacopoeia of the People's Republic of China, Part I,2015 [S].

(编辑:陈希)