

黄芪中皂苷类成分的研究进展

赵灵改¹, 吕学泽², 刘毅¹, 夏秋霞³, 李兴民^{1*}

(1. 中国农业大学食品科学与营养工程学院, 北京 100083; 2. 北京市畜牧总站, 北京 100101;
3. 河北乾信牧业股份有限公司, 张家口 076650)

摘要: 黄芪为蒙古黄芪或膜荚黄芪的干燥根, 是中医临床上常用的大宗中药材, 在食品、保健品、化妆品等行业具有广泛的应用前景。黄芪属于中国传统中草药中的补虚类药, 其味甘性微温, 归属脾肺经, 具有广泛的药用价值, 很多具有保健功能的口服液中都含有黄芪, 有学者将黄芪等中药材添加到鸡汤中研究其保健功能。黄芪中主要含有皂苷类、多糖类、黄酮类、氨基酸及微量元素等化学成分, 黄芪皂苷是黄芪中主要的有效成分, 从黄芪中分离出来的皂苷类化合物达 50 多种。黄芪皂苷的提取及分离纯化是以黄芪皂苷类成分作为指标成分进行黄芪药材及饮片质量评价的关键环节, 合适的提取、分离纯化及含量测定方法对黄芪的开发与综合利用具有重要意义。本文主要综述了黄芪皂苷类成分的提取、分离纯化、含量测定等, 以期对黄芪的进一步开发与利用提供一定的参考依据。

关键词: 黄芪; 皂苷类化合物; 提取方法; 分离纯化; 含量测定

Research progress of saponins in *Astragalus membranaceus*

ZHAO Ling-Gai¹, LV Xue-Ze², LIU Yi¹, XIA Qiu-Xia³, LI Xing-Min^{1*}

(1. College of Food Science and Nutritional Engineering, China Agricultural University, Beijing 100083, China; 2. Beijing Animal Husbandry Station, Beijing 100101, China; 3. Hebei Qianxin Animal Husbandry Co., Ltd., Zhangjiakou 076650, China)

ABSTRACT: *Astragalus membranaceus* is the dried root of *Astragalus mongolicus* or *Astragalus membranaceus*, which is commonly used as a bulk Chinese medicinal material in clinical practice. It has a wide application prospect in food, health care products, cosmetics and other industries. *Astragalus membranaceus* is a kind of medicine in traditional Chinese herbal medicine to replenish deficiency. It has a sweet and mild taste, belongs to spleen and lung meridian, and has a wide range of medicinal value, many oral liquids with health care functions contain astragalus. Some scholars have added astragalus and other Chinese medicinal materials into chicken soup to study its health care functions. *Astragalus membranaceus* mainly contains saponins, polysaccharides, flavonoids, amino acids, trace elements and other chemical components. *Astragalus* saponins are the main active components of *Astragalus membranaceus*, and more than 50 saponins have been isolated from *Astragalus membranaceus*. The extraction, separation and purification of *Astragalus* saponins are key steps to evaluate the quality of *Astragalus* medicinal materials and decoction pieces with *Astragalus* saponin as the index component. Appropriate extraction, separation, purification and content determination methods are of great significance to the development and comprehensive

基金项目: 北京市家禽产业创新团队项目(BAIC04-2021)

Fund: Supported by the Beijing Poultry Industry Innovation Team Project (BAIC04-2021)

*通信作者: 李兴民, 教授, 主要研究方向为畜产品加工。E-mail: lixingmin@cau.edu.cn

*Corresponding author: LI Xing-Min, Professor, College of Food Science and Nutritional Engineering, China Agricultural University, Haidian District, Beijing 100083, China. E-mail: lixingmin@cau.edu.cn

utilization of *Astragalus*. This paper reviewed the extraction, purification and content determination of *Astragalus* saponins, in order to provide some references for the further development and utilization of *Astragalus*.

KEY WORDS: *Astragalus membranaceus*; saponins; extraction method; separation and purification; content determination

0 引言

黄芪, 又称黄耆、绵芪, 黄芪为豆科植物蒙古黄芪 *Astragalus membranaceus* (Fisch.) Bunge var. *mongholicus* (Bunge) Hsiao 或膜荚黄芪 *Astragalus membranaceus* (Fisch.) Bunge 的干燥根^[1], 属于药食同源物质, 主产于内蒙古、山西、黑龙江、甘肃、宁夏、河北等地^[2]。目前, 以黄芪为原料生产的中成药达 200 多种, 黄芪在食品、保健品、化妆品等行业具有广泛的应用前景^[3], 此外, 黄芪及其制品还可以作为动物饲料^[4]和有机绿肥^[5]。黄芪属于中国传统中草药中的补虚类药, 其味甘性微温, 归属脾肺经, 具有补气升阳、利水消肿、固表止汗、敛疮生肌等功效, 临床上常用于治疗气虚水肿、气虚自汗、内热消渴、气血亏虚、溃久难敛等症状^[1]。黄芪中主要的化学成分为皂苷类、黄酮类、多糖类和氨基酸类化合物^[6-7], 此外, 黄芪中还含有生物碱类、木脂素类、甾醇类和微量元素等^[8]。黄芪皂苷是黄芪中重要的活性成分之一, 具有抗肿瘤、抗衰老、抗病毒、免疫调节、保护心血管系统等功能^[9-11]。黄芪中皂苷类成分的含量较低且提取效果易受其他物质成分的影响, 故研究其合适的提取、分离纯化方法对提高黄芪中皂苷类成分的提取率具有重要意义。本文归纳总结了黄芪皂苷类成分的提取、分离纯化、含量测定等方面, 以期对黄芪的深入开发和传统中药材的综合利用提供一定的参考依据。

1 黄芪皂苷类成分

皂苷类化合物(*Astragalus membranaceus* saponins, AMS)是黄芪中重要的有效成分之一, 皂苷(saponin)是苷元为三萜或螺旋甾烷类化合物的一类糖苷, 由皂苷元与糖组成, 2 个组成单元之间通过糖苷键相连, 黄芪皂苷类化合物一般属于三萜皂苷类成分^[12]。目前, 黄芪皂苷类成分主要有黄芪皂苷(*astragaloside*) I~VIII, 异黄芪皂苷(*isoastragaloside*) I、II 和 IV, 乙酰黄芪皂苷(*acetyl astragaloside*), 环黄芪苷(*cyclosieversioside*) E、F 和 G, *agroastragaloside* I~IV 和大豆皂苷 I 等^[13]。黄芪甲苷是皂苷类化合物主要的有效成分, 因此黄芪甲苷常作为黄芪的定性定量指标。

2 黄芪皂苷类成分的提取方法

黄芪皂苷类成分在生黄芪中的含量为 0.095%~0.223%^[14], 《中华人民共和国药典》(2020 版)规

定黄芪中黄芪甲苷的含量不低于 0.080%。黄芪所含成分复杂且皂苷类成分含量较低, 故其提取分离较为困难, 合适的提取方法对于提高黄芪中皂苷类成分提取率尤为重要。常见的提取方法有溶剂提取法、超声波提取法、微波辅助提取法、酶辅助提取法、超临界流体萃取法、闪式提取法等。

2.1 溶剂提取法

溶剂提取法是利用样品中各组分在特定溶剂中溶解度的不同, 使有效成分完全或部分溶解从而达到提取分离的目的。溶剂提取法是最传统的提取方法, 在有效成分提取中占据重要地位。常见的有渗漉法、煎煮法、回流提取法和连续回流提取法等。常用的溶剂有水、乙醇、丙酮、氯仿、石油醚、苯等。

冯俊等^[15]以黄芪皂苷含量为指标, 得到最优提取工艺为: 先用 75%乙醇以料液比 1:10 (g:mL)、温度 70 °C、时间 2 h、提取 3 次; 醇提后样品经烘干处理后再用纯水以料液比 1:6 (g:mL)、温度 100 °C、时间 2 h、提取 2 次, 所得皂苷含量为 6.725 mg/g。方火花^[16]采用回流提取法提取黄芪胶囊中的皂苷, 得到最优提取工艺为: 12 倍量水、提取 3 次、每次提取 1 h, 黄芪甲苷的含量为 0.8336 mg/g。赵颖等^[17]采用回流提取法提取复方黄芪中的皂苷, 最优提取工艺为: 12 倍水量、提取 3 次、每次提取 1 h, 所得黄芪甲苷含量为 0.655 mg/g。王亚丽等^[18]采用加热回流提取法确定黄芪中 6 种皂苷成分的最佳提取工艺为: 80%甲醇提取 3 次, 每次提取 1 h, 黄芪皂苷 I、II、III、IV、异黄芪皂苷 I、II 的平均提取量分别为 1.4356、0.2694、0.4783、0.1098、0.5496、0.1256 mg/g。侯美如等^[19]采用水浸法、水煎法提取黄芪与发酵后黄芪中总皂苷, 探究黄芪发酵后对黄芪总皂苷释放量的影响。结果表明, 未发酵黄芪经水浸法, 水煎法提取的总皂苷含量分别为 5.356、4.007 mg/g, 显著低于发酵组黄芪 6.568、4.843 mg/g。

2.2 超声波提取法

超声波提取技术的原理主要是利用其空化、机械和热效应加速样品中有效成分的提取^[20]。样品受到超声波作用时, 在内以超声空化引起细胞内部结构的破碎, 在外引发溶剂和物质的高速震荡碰撞, 有利于溶剂与物质的相互渗透。超声波提取技术提取效率高, 条件温和且不依赖物质的极性, 适用于大部分溶剂系统和不同成分的提取。

李玲等^[21]以总皂苷含量为指标, 通过响应面优化试

验确定最优提取工艺为: 75%乙醇、料液比 1:24 (*m*:*V*)、超声时间 79 min, 此条件下 5 g 原料可提取 12.45 mg 总皂苷。高山等^[22]以黄芪总皂苷提取率为指标, 研究回流提取与超声提取的差异性。结果表明, 回流提取与超声提取无显著性差异, 但超声提取具有省时、操作简便、提取效率高优点, 故对超声提取工艺进行优化, 确定提取最佳工艺为: 70%乙醇 15 倍量、超声时间 40 min, 所得黄芪总皂苷的提取率为 0.658%。岳显文^[23]探究超声波法、索氏提取法和煎煮法 3 种不同的提取方法对黄芪总皂苷得率的影响, 结果表明, 煎煮法中的醇碱法提取黄芪皂苷得率为 2.638%, 高于其他 2 种方法。

2.3 微波辅助提取法

微波辅助提取法是将微波和传统的溶剂提取法相结合形成的新的提取方法, 其主要是利用微波能来提高提取效率。不同物质对微波能量的吸收程度不同, 使得含有不同种类化合物的样品可以对某些成分进行选择性加热^[24]。微波辅助提取法具有加热迅速、安全环保等优点。

有研究表明^[25-26], 在微波辅助提取下用 80%乙醇为溶剂提取黄芪总皂苷, 其提取率大大提高且时间仅为超声提取的 1/8, 回流提取的 1/12。YAN 等^[25]优选的黄芪皂苷 I~IV 微波萃取工艺为: 80%乙醇、料液比 1:25 (*m*:*V*)、功率 700 W、温度 70 °C、提取 3 次、每次 5 min。黄鹏程等^[27]通过遗传神经网络模型预测的最佳微波提取工艺为: 提取功率 695 W、提取时间 260 s、料液比 21.5 (*m*:*V*)、乙醇体积分数 50%, 该实验通过遗传算法优化后的遗传神经网络模型相关系数达到 98.98%, 预测结果与试验结果接近。钟方丽等^[28]采用微波辅助双水相萃取技术提取黄芪茎中总皂苷, 最优提取工艺为: 微波功率 500 W、料液比 1:30 (*g*:*mL*)、醇水比 0.77 (*V*:*V*)、硫酸铵质量浓度为 0.24 g/*mL*、萃取时间 10 min, 干浸膏中总皂苷含量为 12.8%。李莉等^[29]研究表明, 微波辅助提取黄芪甲苷的最优工艺为: 预处理 5 min、6 倍量溶媒、微波功率 700 W/*g*、pH=12、作用时间 20 min, 微波辅助提取黄芪甲苷的含量为 145.59 mg/*g*, 高出煎煮法 43%左右。

2.4 酶辅助提取法

有效成分多存在于植物细胞的细胞质中, 在提取过程中, 溶剂需要克服来自细胞壁及细胞质的传质阻力。酶辅助提取具有高度专一性, 选用恰当的酶可以有效降解细胞壁成分, 破除有效成分溶出阻力, 提高有效成分的提取效率, 缩短提取时间。常用的酶有纤维素酶^[30]、果胶酶和淀粉酶^[31]等。

吕凤娇等^[30]应用 Box-Behnken 试验筛选纤维素酶在辅助提取黄芪总皂苷中的最佳工艺条件, 结果表明, 在 51 °C、pH = 4.38、酶用量 8.84 mg、酶解时间 132 min 的条件下, 黄芪总皂苷的提取率为 1.87%, 接近预测提取率

1.89%。YAN 等^[31]运用酶负压气穴加速法提取黄芪皂苷 III、IV, 最优提取工艺为: 负压 0.08 Mpa、温度 45 °C、酶添加量 1.48%, 黄芪皂苷 III、IV 的含量分别为 0.103、0.325 mg/*g*, 与不加酶所得皂苷含量相比, 黄芪皂苷 III 和 IV 的含量分别增加了 41.67%和 65.31%。张金红^[32]以黄芪总皂苷含量为指标, 确定最佳酶解工艺为: 纤维素酶用量 1.0%、pH=4.5、酶解温度 55 °C、酶解时间 2.5 h, 酶解组黄芪总皂苷提取率为 2.57%, 相较于非酶解组提高了 27.26%。

2.5 超临界流体萃取法

超临界流体萃取法是以超临界流体代替常规有机溶剂对中草药中有效成分进行提取分离的方法。超临界状态下的萃取溶剂兼有气体和流体的性质, 通过控制温度和压力使溶解某一成分的流体变为气体, 进而析出有效成分。CO₂ 容易达到临界状态且对人体和环境无害, 故 CO₂ 常作为超临界萃取技术的溶剂。

纪莎等^[33]探究超临界 CO₂ 萃取法、传统水提醇沉法、回流提取法、超声波提取法对黄芪甲苷提取率的影响, 结果表明: 超临界 CO₂ 萃取法所得黄芪甲苷提取率显著高于另外 3 种方法, 故对其提取工艺进行了优化, 其最优工艺为: 黄芪粒度 40 目、压力 45 mPa、温度 45 °C、时间 2 h、流速 20 L/h, 黄芪甲苷提取率为 0.2367%。蒙英等^[34]采用超临界 CO₂ 萃取技术提取黄芪总皂苷并研究其最优提取工艺, 结果表明, 在黄芪粒度 60 目、压力 35 mPa、温度 45 °C、时间 2.5 h、5%乙醇为夹带剂、乙醇用量 4 mL/*g*、CO₂ 流量 3.7 L/h 的条件下, 黄芪甲苷含量可达到 0.234 mg/*g*。

2.6 闪式提取法

闪式提取法是依靠其高速机械剪切力和超动分子渗透技术, 在室温及溶剂存在下数秒钟内把中药材等物料破碎至细小颗粒, 并使中药材中有效成分迅速达到内外平衡, 从而提高有效成分的提取率^[35]。

王梦茹等^[36]采用响应面优化试验探究黄芪皂苷闪式提取的工艺条件, 得到最优提取工艺为: 乙醇浓度 70%、料液比 1:30 (*m*:*V*)、提取时间 120 s、电压 110 V, 黄芪皂苷的得率为 1.126%。武艳梅等^[37]运用闪式提取法提取黄芪总皂苷, 在提取电压 120 V、料液比 1:20 (*g*:*mL*)、提取 3 次、每次 1 min 的条件下, 黄芪总皂苷得率为 1.019%。

每种提取方法都有其优缺点, 应根据实际条件选取合适的方法, 各种方法的优缺点如表 1 所示。

不同的提取方法均有其优缺点, 一些新技术的应用, 如超声波提取、酶辅助提取、微波辅助提取技术可以提高浸出率、缩短提取时间等, 但是, 每种提取方法也存在一定的弊端, 如酶法提取对实验条件要求较高, 需要寻求最适的温度、pH 值等; 超临界萃取属高压设备, 存在设备费

表 1 不同提取方法的优缺点^[14,38-39]
Table 1 Advantages and disadvantages of different extraction methods^[14,38-39]

提取方法	优点	缺点
溶剂提取辅助超声波提取法	不需要特殊仪器设备安全、省时、效率高	浸出率低、费时投资大、规模小、噪声大
微波辅助提取法	快速、溶剂用量少、提取率高	规模小、成分易变化
酶辅助提取法	浸出率高、减少能耗, 不需要特殊仪器设备	实验要求较高
超临界流体萃取法	选择性好、产率高、时间短	设备复杂、投资大
闪式提取法	快速、高效	投资大、影响因素多

用较高和安全性隐患等问题; 闪式提取法的提取效果会受到溶剂种类、料液比、控制温度和功率等诸多因素的影响。目前, 一些提取技术仅适用于实验室中, 在一定程度上并不适用于大规模的工业化生产, 这就需要研发人员不断尝试和改造以研究更好的中药提取技术, 满足现代化提取的需要。此外, 在具体试验中操作人员应根据实际情况, 将多种方法有机结合, 以达到最佳的提取效果。

3 黄芪皂苷类成分的分 离纯化方法

黄芪经初步提取后, 杂质成分较多而皂苷类物质含量较低, 常采用天然药物纯化方法除去其他杂质成分, 富集皂苷类物质。常用的纯化方法有正丁醇萃取法、溶剂沉淀法、大孔吸附树脂法。

3.1 正丁醇萃取法

黄芪皂苷易溶于水饱和的正丁醇溶液^[40], 将正丁醇和蒸馏水混合摇匀, 静置分层, 上层为水饱和的正丁醇溶液。水饱和正丁醇可有效防止正丁醇与物质萃取时出现乳化现象, 水饱和的正丁醇极性增强, 可萃取中等极性物质, 如皂苷类成分。

李金田等^[41]在黄芪总皂苷提取中将 D101 大孔树脂柱洗脱所得馏分用正丁醇萃取, 减压蒸馏回收萃取液中的正丁醇后, 得到目标产物黄芪总皂苷。赖先荣等^[42]运用正丁醇动态萃取 2 次—碱液处理—丙酮沉淀法纯化黄芪总皂苷, 得到的黄芪总皂苷含量为 65.23%。张天^[43]将黄芪提取液用正丁醇萃取浓缩后, 加入乙酸乙酯进行再次萃取, 黄芪甲苷的纯度达到 98%以上, 该方法对试剂和设备要求低, 适合大规模工业化生产。

3.2 溶剂沉淀法

溶剂沉淀法常用的溶剂有乙醚、丙酮或乙醚—丙酮混合溶剂^[44]。水提醇沉法^[45]提取黄芪皂苷类成分时, 某些皂苷类成分易包裹于沉淀中, 目标物得率低。乙醚沉淀黄芪提取液后, 黄芪皂苷类成分保留率较高, 含量较低, 而丙酮处理后得到的沉淀中黄芪皂苷类成分的含量较高, 但收率偏低; 乙醚-丙酮(1:1)混合溶剂处理黄芪提取液后得到的沉淀中, 皂苷类成分的含量接近于丙酮处理所得沉淀,

收率稍低于乙醚处理所得沉淀物。张军武等^[45]以黄芪甲苷含量为指标, 探究乙醇回流法和水提醇沉法提取的黄芪甲苷含量的差别, 结果显示: 乙醇回流法所得黄芪甲苷的含量为 0.1637 mg/g, 水提醇沉法提取的黄芪甲苷含量为 0.1012 mg/g, 水提醇沉法提取的黄芪甲苷含量比乙醇回流提取法低将近 40%。

3.3 大孔吸附树脂法

大孔树脂吸附作用是依靠它和被吸附分子之间的范德华力, 通过其巨大的比表面进行的物理吸附。有机化合物根据吸附力及分子量大小的不同, 在大孔吸附树脂上经一定溶剂洗脱而达到分离、纯化、除杂、浓缩等不同目的。大孔树脂纯化技术广泛应用于皂苷类成分的提取, 如人参皂苷^[46-47]、黄芪皂苷^[48-49]等。众多研究运用大孔树脂纯化黄芪总皂苷, 影响黄芪皂苷纯化的因素有大孔树脂型号、上样浓度、洗脱流速、洗脱溶剂等, 具体参数见表 2。

不同的纯化方法所得皂苷含量有较大的差异, 如大孔吸附树脂法, 相同的树脂型号, 不同的上样浓度、洗脱流速、洗脱条件, 所得皂苷含量有一定的差异。纯化方法及相应参数的设置可能会随着黄芪提取方式的不同而发生相应的改变, 在实际试验过程中, 应根据试验具体条件及试验目的不同, 选择最佳的纯化方法。

4 黄芪皂苷含量的测定方法

《中华人民共和国药典》(2020 版)将黄芪甲苷作为黄芪药材及饮片的质控指标, 采用高效液相色谱-蒸发光散射检测法 (high performance liquid chromatography-evaporative light scattering detection, HPLC-ELSD)测定其含量。相关文献报道中大多以黄芪皂苷I、黄芪皂苷II、黄芪甲苷等皂苷类成分作为指标成分, 用作黄芪药材的质量评价^[55-57]。黄芪皂苷含量常用的测定方法有高效液相色谱法、比色法、近红外漫反射光谱法、液相色谱-质谱法、超高效液相色谱法等。

4.1 高效液相色谱-蒸发光散射检测法

高 效 液 相 色 谱 法 (high performance liquid

chromatography, HPLC)是测定中药材中活性成分含量常用的方法之一。蒸发光散射检测器(evaporative light scattering detection, ELSD)作为通用型检测器,不依赖于化合物的光学性质,对非挥发组分均有较好的响应,广泛应用于皂苷类、萜类、糖类、生物碱类等中药成分的含量测定(表 3)。

表 2 大孔吸附树脂法纯化黄芪皂苷的相关参数
Table 2 Purification parameters of Astragalus saponin by macroporous adsorption resin

树脂型号	上样浓度	洗脱流速	洗脱条件	皂苷含量/%	参考文献
DA-201	0.1 g/mL	0.5 mL/min	收集 4 BV 50%乙醇馏分	41.56	[48]
D101	0.1 g/mL	2 BV/h	5 BV 水、15%乙醇除杂,收集 5 BV 60%乙醇馏分	>50	[50]
LSA-10	0.015 g/mL	—	85%乙醇	12.66	[51]
HPD300	0.4 g/mL	2 BV/h	2 BV 水除杂,收集 4 BV 70%乙醇馏分	33.8	[52]
D101	1 g/mL	2 mL/min	120 mL 水除杂,收集 100 mL 70%乙醇馏分	84.59	[53]
D101	40 mg/mL	3 BV/h	收集 9 BV 80%乙醇馏分	72.33	[54]

表 3 高效液相色谱-蒸发光散射检测法测定黄芪皂苷含量的相关参数
Table 3 Determination of Astragalussaponin by high performance liquid chromatography-evaporative light scattering detection

色谱条件	线性范围	精密度 /%	稳定性 /%	重复性 /%	加样回收率/%[相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)/%]	文献
Nanologica SVEA C ₁₈ (250 mm×4.6 mm, 5 μm); 流动相: 乙腈-水(35:65), 流速: 1.0 mL/min, 柱温: 25 °C	0.274~1.149 μg (r=0.9994)	1.45	1.87	1.63	99.16 (1.21)	[58]
Diamonsil C ₁₈ (250 mm×4.6 mm, 5 μm); 流动相: 乙腈-水(33:67), 流速: 1.0 mL/min, 柱温: 30 °C, 氮气压力: 325 kPa, 漂移管温度: 40 °C	0.236~2.362 μg (r=0.9999)	0.89	0.25	0.82	95.31 (1.18)	[59]
Sun Fire C ₁₈ (4.6 mm×250 mm, 5 μm); 流动相: 乙腈-水(32:68), 流速:1.0 mL/min, 漂移管温度: 105 °C, 气体流速: 3.0 L/min; 柱温: 30 °C	0.538~16.128 μg (r=0.9996)	1.50	1.90	2.40	98.70 (2.30)	[60]
Sepax BR-C ₁₈ (4.6 mm×250 mm, 5 μm); 流动相: 乙腈-水(35:65), 流速: 1.0 mL/min, 柱温: 30 °C	1.020~10.270 μg/mL (r=0.9990)	0.76	1.06	1.60	96.99 (2.00)	[61]
X Bridge Shield RP ₁₈ (4.6 mm×250 mm, 5 μm); 流动相: 乙腈-水(32:68), 流速: 1.0 mL/min, 漂移管温度: 60 °C, 雾化室温度: 33 °C	5.030~120.720 μg/mL (r=0.9999)	0.39	-	2.89	100.57 (0.62)	[62]
waters C ₁₈ (4.6 mm×250 mm, 5 μm); 流动相: 乙腈-水(32:68), 流速: 1.0 mL/min, 漂移管温度: 50 °C, 载气压力: 35 psi	—	0.41	0.47	1.03	98.38 (0.97)	[63]
Waters C ₁₈ (4.6 mm×250 mm, 5 μm); 流动相: 乙腈-水(32:68), 流速: 1.0 mL/min, 柱温:30 °C	0.520~5.300 μg (r=1.0000)	0.27	1.87	0.93	99.80 (0.59)	[64]
Agilent ZORBAX SB-C ₁₈ (4.6 mm×250 mm, 5 μm); 流动相: 水-乙腈(32:68), 流速: 1.0 mL/min, 气化温度: 90 °C, 柱温: 35 °C	0.060~1.920 mg/mL (r=0.9998)	0.76	1.87	-	100.16 (2.63)	[65]
Agilent TC-C ₁₈ (250 mm×4.6 mm, 5 μm); 流动相: 0.3%甲酸水溶液-乙腈梯度洗脱, 流速为: 1.0 mL/min, 漂移管温度: 70 °C, 柱温: 30 °C	1.790~53.550 μg (r=0.9995)	1.37	0.98	3.63	98.83 (2.49)	[66]

4.2 比色法

比色法是通过黄芪皂苷与显色剂发生反应后生成有色物质,在一定浓度范围内有色物质的浓度与吸光度成正比,根据样品的吸光度值计算样品中黄芪皂苷的含量。常见的显色剂有香草醛-浓硫酸^[67]、香草醛-高氯酸^[68]和大茴香酸-硫酸。显色原理为:在酸性条件下香草醛与皂苷类物质发生亲核加成反应,生成半缩醛,双键结构增加,紫外吸收强度增加。利用比色法测定黄芪总皂苷含量的研究如表 4 所示。

4.3 近红外漫反射光谱法

任绪华等^[70]采用近红外漫反射光谱法结合偏最小二乘法建立预测黄芪中皂苷含量的定量模型,结果表明,黄芪甲苷定量模型校正集均方根偏差为 0.0066,预测集均方根偏差为 0.0163,校正集 R^2 为 0.9533,定量模型内部验证偏差 1.90%,外部验证偏差 2.68%,该方法可用于黄芪药材质量的快速评价。战皓等^[71]采用近红外漫反射光谱法对黄芪中黄芪甲苷的含量进行快速无损检测,以液相色谱质谱联用(liquid chromatography mass spectrometry, LC-MS)分析值为参比,采用偏最小二乘法建立黄芪甲苷定量分析模型。结果显示,黄芪甲苷的模型参数 R^2 为 0.8548,预测集均方根偏差值为 0.00641,校正集 R^2 为 0.7963,校正集均方根偏差值为 0.00799,近红外光谱技术结合偏最小二乘法可快速准确的对黄芪甲苷的含量进行检测。

4.4 液相色谱-质谱法

韩旭阳等^[72]采用超高效液相色谱与飞行时间质谱联用技术(ultra performance liquid chromatography-

quadrupole-time of flight-mass spectrometry, UPLC-QTOF-MS)结合多变量统计分析,结果表显示,黄芪皂苷I、II、IV的加样回收率分别为 101.13%、96.91%、100.19%,RSD 分别为 2.6%、1.33%、3.09%,该方法能够快速准确地测定黄芪皂苷I、II、IV在饮片中的含量。夏义平等^[73]采用超高效液相色谱-质谱法测定黄芪中黄芪甲苷的含量,结果表明,黄芪甲苷在 60.0~12000 ng/mL 浓度范围内有良好线性关系,平均回收率为 91.7%,最低检出限为 68.2 μg/kg,该方法简便、快速、灵敏度高,可用于黄芪中黄芪甲苷的测定。王艳等^[74]采用超高效液相色谱-质谱联用法同时测定黄芪中黄芪皂苷I、II、III、IV的含量,结果显示,黄芪皂苷I、II、III、IV的平均回收率分别为 104.4%、100.2%、95.3%、103.7%,RSD 分别为 2.6%、1.2%、1.2%、2.3%,该方法可应用于黄芪中有效成分含量的快速测定及黄芪的质量控制。

4.5 超高液相色谱法

高攀峰等^[75]采用超高液相色谱法测定黄芪中黄芪皂苷I、II、III、黄芪甲苷的含量,结果显示,黄芪皂苷I、II、III、黄芪甲苷的加样回收率分别为 100.32%、99.51%、100.57%、100.21%,RSD 分别为 0.44%、0.32%、1.19%、0.65%,4 者的稳定性、精密度、重复性试验的 RSD 均≤ 1.22%,甘肃产蒙古黄芪中总皂苷含量的平均值大于 0.5 mg/g。

张松涛等^[76]采用超高效液相色谱法测定黄芪降压方提取液中黄芪甲苷的含量,结果显示,黄芪甲苷平均回收率为 100.34%,RSD 值为 1.89%,超高液相色谱法对于黄芪降压方中黄芪甲苷检测具有较高准确性和精密度。

表 4 比色法测定黄芪皂苷含量的相关参数
Table 4 Parameters of determination of Astragalus saponin by colorimetric method

显色剂	波长 /nm	条件	标准曲线方程	精密度 /%	重复性 /%	稳定性 /%	加样回收率 /%(RSD/%)	文献
5%香草醛-高氯酸	543	70 °C水浴 加热 15 min	$Y=0.0241X+0.0193$ ($r^2=0.9996$)	-	0.07	0.15	100.12 (0.25)	[19]
5%香草醛-高氯酸	585	70 °C水浴 加热 20 min	$Y=0.0442X+0.0138$ ($r^2=0.9998$)	0.46	1.17	1.48	97.06 (1.21)	[48]
8%香草醛-硫酸	580	62 °C水浴 加热 20 min	$Y=0.0016X+0.0686$ ($r^2=0.9942$)	-	1.57	1.71	99.00 (2.68)	[67]
5%香草醛-高氯酸	541	60 °C水浴 加热 20 min	$Y=1.7780X-0.0090$ ($r^2=0.999$)	1.02	1.04	1.01	98.50 (1.49)	[68]
5%香草醛-高氯酸	575	60 °C水浴 加热 20 min	$Y=1.9385X+0.0121$ ($r^2=0.9997$)	1.40	1.50	-	96.57 (1.50)	[69]
8%香草醛-硫酸	450	62 °C水浴 加热 20 min	$Y=1.2647X+0.0378$ ($r^2=0.9995$)	0.80	1.20	-	98.85 (1.30)	[69]

由以上研究可知, 比色法常用于黄芪中总皂苷含量的测定, 高效液相色谱-蒸发光散射检测法是《中华人民共和国药典》(2020 版)中使用的方法, 也是目前应用较多的方法, 但是该方法操作步骤烦琐复杂、耗时长、成本高。随着科技的发展, 越来越多的新技术应用于黄芪中各个皂苷类成分含量的测定, 如近红外漫反射光谱新技术的应用解决了烦琐的制样步骤, 可以实现对黄芪等的快速无损定量检测。

5 结束语

黄芪是中医临床上常用的大宗中药材, 历史悠久, 具有很高的保健价值和药用价值, 多与其他中药配伍应用于多种疾病的保健与治疗中。黄芪皂苷类化合物是黄芪中主要的有效成分, 但黄芪中成分复杂且黄芪皂苷含量较低, 故其各种提取、分离纯化方法有一定的局限性, 在具体试验操作中可根据实际情况, 将多种方法有机结合, 从而达到最佳的提取效果。同时, 随着科技的发展, 各项新技术的应用, 黄芪皂苷的提取、分离纯化及含量测定方法存在的弊端将会得到有效解决。以黄芪为原料的保健品、食品、化妆品、动物饲料和有机绿肥等产品也具有极高的研发价值, 这对于黄芪资源的进一步开发利用、实现黄芪的高值化利用具有重要意义。

参考文献

- [1] 中华人民共和国药典(一部)[M]. 北京: 中国医药科技出版社, 2020.
Pharmacopoeia of the People's Republic of China (Part One) [M]. Beijing: China Medical Science and Technology Press, 2020.
- [2] 袁红, 张淑芳, 贾绍辉, 等. 黄芪生物活性及其在保健食品中的应用研究进展[J]. 食品科学, 2014, 35(15): 330–334.
YUAN H, ZHANG SF, JIA SH, et al. Research progress on the biological activity of *Astragalus membranaceus* and its application in health food [J]. Food Sci, 2014, 35(15): 330–334.
- [3] SHAHRAJABIAN MH, SUN W, CHENG Q. A review of *Astragalus* species as foodstuffs, dietary supplements, a traditional Chinese medicine and a part of modern pharmaceutical science [J]. Appl Ecol Env Res, 2019, 17(6): 13371–13382.
- [4] 王乐, 卢大雷. 中草药饲料添加剂在动物生产性能和免疫功能中的研究进展[J]. 饲料博览, 2018, 11: 17–21.
WANG L, LU DL. Research progress of Chinese herbal medicine feed additives in animal production and immune function [J]. Feed Rev, 2018, 11: 17–21.
- [5] 张晏梓, 梁建萍, 孙明婕, 等. 黄芪绿肥对玉米品质和产量的影响[J]. 山西农业科学, 2016, 44(1): 40–44.
ZHANG YZ, LIANG JP, SUN MJ, et al. Effects of *Astragalus membranaceus* green manure on corn quality and yield [J]. J Shanxi Agric Sci, 2016, 44(1): 40–44.
- [6] MA YL, TIAN ZK, KUANG HX, et al. Studies of the constituents of *Astragalus membranaceus* Bunge. III. structures of triterpenoidal glycoside, *Astragalus membranaceus* A and B, from the Leaves [J]. Chem Pharm Bull, 1997, 28(35): 359–361.
- [7] KUANG HX, YOSHIHITO OKADA, YANG BY, et al. Secocycloartanetriterpenoidal saponins from the leaves of *Astragalus membranaceus* Bunge [J]. Helv Chim Acta, 2009, 92(5): 950–958.
- [8] ZHANG CH, YANG X, WEI JR, et al. Ethnopharmacology, phytochemistry, pharmacology, toxicology and clinical applications of *Radix astragali* [J]. Chin J Integr Med, 2019, 9: 1–12.
- [9] 郭宪清, 张丽香, 姜秉荣. 黄芪皂苷类组分的现代药理研究进展[J]. 中国药业, 2006, 15(12): 66–67.
GUO XQ, ZHANG LX, JIANG BR. Advances in modern pharmacological research of astragalus saponins [J]. Chin Pharm, 2006, 15(12): 66–67.
- [10] CHU C, CAI HX, REN MT, et al. Characterization of novel astragalosidemalonates from *Radix astragali* by HPLC with ESI quadrupole TOF MS [J]. J Sep Sci, 2010, 33(4–5): 570–581.
- [11] 钱丹, 黄璐琦, 崔光红, 等. 黄芪种质资源的研究概况[J]. 中国实验方剂学杂志, 2009, 15(3): 86–89.
QIAN D, HUANG LQ, CUI GH, et al. Review on the germplasm resources of *Astragalus membranaceus* [J]. Chin J Exp Formul, 2009, 15(3): 86–89.
- [12] 焦美丽. 黄芪总皂苷制备工艺及其化学成分研究[D]. 太原: 山西大学, 2016.
JIAO ML. Study on preparation technology and chemical constituents of astragalus total saponins [D]. Taiyuan: Shanxi University, 2016.
- [13] 郭怡楠, 庞文静, 孙素琴, 等. 黄芪及其提取物的红外光谱鉴别[J]. 国际中医中药杂志, 2015, (5): 431–434.
GUO YZ, PANG WJ, SUN SQ, et al. Identification of *Astragalus membranaceus* and its extract by infrared spectroscopy [J]. Int J Tradit Chin Med, 2015, (5): 431–434.
- [14] 苏玉珂. 黄芪总皂苷的提取工艺及分析方法研究[J]. 中国医药导刊, 2012, 14(5): 911–912, 903.
SU YK. Study on extraction technology and analysis method of astragalus total saponins [J]. Chin Med Guide, 2012, 14(5): 911–912, 903.
- [15] 冯俊, 邹鹏飞, 雷武, 等. 黄芪多糖和皂苷综合提取工艺研究[J]. 食品研究与开发, 2016, 37(2): 62–64.
FENG J, ZOU PF, LEI W, et al. Study on the comprehensive extraction technology of astragalus polysaccharide and saponin [J]. Food Res Dev, 2016, 37(2): 62–64.
- [16] 方火花. 正交设计优选复方黄芪胶囊提取工艺[J]. 海峡药学, 2020, 32(2): 8–11.
FANG HH. Optimization of extraction process of compound astragalus capsule by orthogonal design [J]. Strait Pharm, 2020, 32(2): 8–11.
- [17] 赵颖, 赵馨雨, 刘鑫, 等. 基于药效筛选及正交设计优化复方黄芪方的提取工艺研究[J]. 中南药学, 2020, 18(2): 209–213.
ZHAO Y, ZHAO XY, LIU X, et al. Optimization of extraction process of compound huangqi formula based on pharmacodynamics screening and orthogonal design [J]. Cent South Pharm, 2020, 18(2): 209–213.
- [18] 王亚丽, 田曼, 李江, 等. 综合评分法优选黄芪中 6 种皂苷类成分的提取工艺[J]. 亚太传统医药, 2019, 15(4): 63–67.
WANG YL, TIAN M, LI J, et al. Optimization of extraction technology of 6 saponins in *Astragalus membranaceus* by comprehensive scoring method [J]. Tradit Med Asia Pacific, 2019, 15(4): 63–67.
- [19] 侯美如, 刘宇, 王岩, 等. 不同提取工艺对黄芪总皂苷提取效果的研究

- [J]. 中国兽药杂志, 2016, 50(12): 24–28.
- HOU MR, LIU Y, WANG Y, *et al.* Study on extraction effect of total saponins from *Astragalus membranaceus* by different extraction processes [J]. *Chin J Vet Drug*, 2016, 50(12): 24–28.
- [20] WANG SJ, LIANG HH, CAI M. Optimization of ultrasound-assisted ultrafiltration of *Radix astragalus* extracts with hollow fiber membrane using response surface methodology [J]. *Sep Purif Technol*, 2012, 100: 74–81.
- [21] 李玲, 李亚童, 莫罕美竟也, 等. 响应面法优化多序岩黄芪根中总皂苷的提取工艺及其抗氧化活性研究[J]. 食品安全质量检测学报, 2020, 11(10): 3149–3155.
- LI L, LI YT, MO HMJY, *et al.* Optimization of extraction process and antioxidant activity of total saponins from *Radix astragali* by response surface methodology [J]. *J Food Saf Qual*, 2020, 11(10): 3149–3155.
- [22] 高山, 郭爱华. 黄芪总皂苷提取方法的优化[J]. 山西职工医学院学报, 2011, 21(3): 1–3.
- GAO S, GUO AH. Optimization of extraction method of total saponins from astragalus [J]. *J Shanxi Workers' Med College*, 2011, 21(3): 1–3.
- [23] 岳显文. 黄芪中皂苷和多糖的提取工艺研究[D]. 长春: 东北师范大学, 2012.
- YUE XW. Extraction of saponins and polysaccharides from *Astragalus membranaceus* [D]. Changchun: Northeast Normal University, 2012.
- [24] 李进颖. 微波辅助萃取技术在高分子材料添加剂分析中的应用[J]. 涂层与防护, 2018, 39(3): 6–10, 26.
- LI JY. Application of microwave-assisted extraction technology in the analysis of polymer additives [J]. *Coat Prot*, 2018, 39(3): 6–10, 26.
- [25] YAN MM, LIU W, FU YJ, *et al.* Optimisation of the microwave-assisted extraction process for four main astragalosides in *Radix astragali* [J]. *Food Chem*, 2010, 119(4): 1663–1670.
- [26] 张英, 俞卓裕, 吴晓琴. 中草药和天然植物有效成分提取新技术-微波协助萃取[J]. 中国中药杂志, 2004, 29(2): 104–108.
- ZHANG Y, YU ZY, WU XQ. New technology of extracting active components from Chinese herbal medicine and natural plants-Microwave-assisted extraction [J]. *China J Chin Mater Med*, 2004, 29(2): 104–108.
- [27] 黄鹏程, 金伟锋, 万海同, 等. 遗传神经网络与遗传算法优选黄芪皂苷微波提取工艺条件[J]. 中草药, 2019, 50(16): 3815–3823.
- HUANG PC, JIN WF, WAN HT, *et al.* Optimization of microwave extraction conditions of astragaloside by genetic neural network and genetic algorithm [J]. *Chin Herb Med*, 2019, 50(16): 3815–3823.
- [28] 钟方丽, 王文姣, 王晓林, 等. 微波辅助双水相萃取黄芪茎总皂苷及其抗氧化活性[J]. 天津科技大学学报, 2016, 31(5): 25–29, 68.
- ZHONG FL, WANG WJ, WANG XL, *et al.* Microwave-assisted two-phase extraction of total saponins from astragalus stem and its antioxidant activity [J]. *J Tianjin Univ Sci Technol*, 2016, 31(5): 25–29, 68.
- [29] 李莉, 谭蔚, 马雪松. 微波辅助提取黄芪甲苷的研究[J]. 中药材, 2007, 30(2): 234–236.
- LI L, TAN W, MA XS. Study on microwave-assisted extraction of astragaloside IV [J]. *Chin Mater Med*, 2007, 30(2): 234–236.
- [30] 吕凤娇, 谢晓兰. 响应面法优化纤维素酶辅助提取黄芪总皂苷的工艺研究[J]. 福州大学学报(自然科学版), 2015, 43(3): 398–404.
- LV FJ, XIE XL. Optimization of cellulase-assisted extraction of total saponins from *Astragalus membranaceus* by response surface methodology [J]. *J Fuzhou Univ (Nat Sci Ed)*, 2015, 43(3): 398–404.
- [31] YAN MM, ZU YG, ZHAO BS, *et al.* Enhanced extraction of astragalosides from *Radix astragaliby* negative pressure cavitation-accelerated enzyme pretreatment [J]. *Bioresour Technol*, 2010, 101(19): 7462–7471.
- [32] 张金红. 提高黄芪中有效成分的提取方法研究[D]. 天津: 天津医科大学, 2010.
- ZHANG JH. Study on improving the extraction method of effective components in *Astragalus membranaceus* [D]. Tianjin: Tianjin Medical University, 2010.
- [33] 纪莎, 胡雯玲, 何丹鸿, 等. 正交试验优化超临界 CO₂ 萃取法提取黄芪中黄芪甲苷工艺[J]. 中国医院药学杂志, 2015, 35(1): 65–67.
- JI S, HU WL, HE DH, *et al.* Optimization of supercritical CO₂ extraction for the extraction of astragaloside IV from *Astragalus membranaceus* [J]. *Chin J Hosp Pharm*, 2015, 35(1): 65–67.
- [34] 蒙英, 赵旭壮, 李明元. 超临界 CO₂ 萃取黄芪皂苷的工艺研究[J]. 食品与发酵科技, 2011, 47(4): 42–44.
- MENG Y, ZHAO XZ, LI MY. Study on the process of supercritical CO₂ extraction of astragaloside [J]. *Food Ferment Technol*, 2011, 47(4): 42–44.
- [35] 赵强强, 韩丽, 熊永爱, 等. 闪式与回流提取黄芪皂苷工艺比较[J]. 中国实验方剂学杂志, 2010, 16(13): 1–3.
- ZHAO QQ, HAN L, XIONG YA, *et al.* Comparison of extraction process of astragalus saponin by flash and reflux [J]. *Chin J Exp Formul*, 2010, 16(13): 1–3.
- [36] 王梦茹, 雷振宏, 梁华, 等. 响应面法优化黄芪三种活性成分的闪式提取工艺[J]. 山西农业大学学报(自然科学版), 2019, 39(3): 14–22.
- WANG MR, LEI ZH, LIANG H, *et al.* Optimization of the extraction process of three active components of *Astragalus membranaceus* by response surface methodology [J]. *J Shanxi Agric Univ (Nat Sci Ed)*, 2019, 39(3): 14–22.
- [37] 武艳梅, 赵航, 李淑燕, 等. 闪式提取法提取黄芪活性成分工艺研究[J]. 食品科学, 2011, 32(24): 98–101.
- WU YM, ZHAO H, LI SY, *et al.* Study on extraction technology of active ingredient of astragalus by flash extraction method [J]. *Food Sci*, 2011, 32(24): 98–101.
- [38] 张寒琦, 金钦汉. 微波化学[J]. 大学化学, 2001, 16(1): 32–36.
- ZHANG HQ, JIN QH. Microwave chemistry [J]. *Univ Chem*, 2001, 16(1): 32–36.
- [39] 朱平, 段国建, 赵磊, 等. 黄芪总皂苷提取方法研究进展[J]. 亚太传统医药, 2016, 12(24): 54–56.
- ZHU P, DUAN GJ, ZHAO L, *et al.* Research progress on extraction methods of astragalus saponins [J]. *Tradit Med Asia Pacific*, 2016, 12(24): 54–56.
- [40] 刘德丽, 包华音, 刘杨. 近 5 年黄芪化学成分及药理作用研究进展[J]. 食品与药品, 2014, 16(1): 68–70.
- LIU DL, BAO HY, LIU Y. Research progress on chemical constituents and pharmacological action of *Astragalus membranaceus* in recent 5 years [J]. *Food Drug*, 2014, 16(1): 68–70.
- [41] 李金田, 景明, 李娟, 等. 黄芪总黄酮及总皂苷的提取方法. 中国: CN, 102579561A [P]. 2012.
- LI JT, JING M, LI J, *et al.* Extraction of total flavonoids and total saponins from astragalus. China: CN, 102579561A [P]. 2012.

- [42] 赖先荣, 吴秦西, 向永臣. 黄芪总皂苷的纯化工艺[J]. 现代生物医学进展, 2009, 9(2): 301–304.
LAI XR, WU QX, XIANG YC. Purification of astragalus saponins [J]. Prog Mod Biomed, 2009, 9(2): 301–304.
- [43] 张天. 一种从黄芪中提取高纯度黄芪甲苷的方法. 中国: CN, 103073614A [P]. 2013.
ZHANG T. A method for extracting high purity astragaloside IV from astragalus. China: CN, 103073614A [P]. 2013.
- [44] 韩凤波. 黄芪甲苷提取分离纯化工艺研究[D]. 长春: 长春中医药大学, 2011.
HAN FB. Study on the extraction and purification process of astragaloside IV [D]. Changchun: Changchun University of Chinese Medicine, 2011.
- [45] 张军武, 赵琦. 不同提取方法对黄芪总皂苷含量的影响[J]. 西部中医药, 2012, 25(4): 26–27.
ZHANG JW, ZHAO Q. Effects of different extraction methods on the content of total saponins of *Astragalus membranaceus* [J]. Western Chin Med, 2012, 25(4): 26–27.
- [46] ZHANG HY, REN GX, WANG YR, *et al.* Enriched separation of protopanaxatriol ginsenosides, malonyl ginsenosides and protopanaxadiol ginsenosides from *Panax ginseng* using macroporous resins [J]. J Food Eng, 2012, 113(4): 577–588.
- [47] ZHAO YN, WANG ZL, DAI JG, *et al.* Preparation and quality assessment of high-purity ginseng total saponins by ion exchange resin combined with macroporous adsorption resin separation [J]. Chin J Nat Med, 2014, 12(5): 382–392.
- [48] 金乾兴, 李艳芳, 杨洁红, 等. 大孔树脂吸附法优化分离纯化黄芪总皂苷的实验研究[J]. 中华中医药学刊, 2014, 32(11): 2599–2601.
JIN QX, LI YF, YANG JH, *et al.* Experimental study on optimization of separation and purification of total saponins from *Astragalus membranaceus* by macroporous resin adsorption [J]. Chin J Tradit Chin Med, 2014, 32(11): 2599–2601.
- [49] LIU W, ZU YG, YAN MM, *et al.* Preparative enrichment and separation of astragalosides from *Radix astragali* extracts using macroporous resins [J]. J Sep Sci, 2010, 33(15): 2278–2286.
- [50] 张丹丹, 王天合, 李慧君, 等. 黄芪总皂苷的分离纯化工艺研究[J]. 湖北中医药大学学报, 2020, 22(5): 42–44.
ZHANG DD, WANG TH, LI HJ, *et al.* Study on the separation and purification process of astragalus total saponins [J]. J Hubei Trad Chin Med Univ, 2020, 22(5): 42–44.
- [51] 钟方丽, 薛健飞, 王晓林, 等. 大孔吸附树脂纯化黄芪茎总皂苷的工艺及其抗氧化性[J]. 饲料工业, 2017, 38(1): 33–39.
ZHONG FL, XUE JF, WANG XL, *et al.* Purification of total saponins from astragalus stem by macroporous adsorption resin and its antioxidant activity [J]. Feed Ind, 2017, 38(1): 33–39.
- [52] 王登斌, 邹准, 陈文财, 等. 大孔树脂对黄芪总皂苷的分离纯化研究[J]. 中国现代中药, 2016, 18(2): 208–212.
WANG DB, ZOU Z, CHEN WC, *et al.* Study on separation and purification of total saponins from astragaloside by macroporous resin [J]. Mod Chin Med, 2016, 18(2): 208–212.
- [53] 冯俊. 黄芪多糖和皂苷综合提取及纯化工艺研究[D]. 南京: 南京理工大学, 2015.
FENG J. Study on the comprehensive extraction and purification process of astragalus polysaccharide and saponin [D]. Nanjing: Nanjing University of Science and Technology, 2015.
- [54] GUO SB, DU XM, JIAN LY. Studies on purification process of total saponins in *Radix astragali* with resin and structural identification of compounds [J]. Asian J Chem, 2014, 26(15): 4610–4614.
- [55] 高四云, 李科, 熊一峰, 等. 恒山伪野生黄芪绝对生长年限鉴别及黄酮和皂苷积累规律研究[J]. 药学学报, 2018, 53(1): 147–154.
GAO SY, LI K, XIONG YF, *et al.* Identification of growth years of Hengshan imitative wild culture *Astragali radix* and investigation into the accumulation rules of flavonoids and saponins [J]. Acta Pharm Sin, 2018, 53(1): 147–154.
- [56] LI Y, GUO S, ZHU Y, *et al.* Comparative analysis of twenty-five compounds in different parts of *Astragalus membranaceus* var. *mongolicus* and *Astragalus membranaceus* by UPLC-MS/MS [J]. J Pharm Anal, 2019, 9: 392–399.
- [57] ZHANG CE, LIANG LJ, YU XH, *et al.* Quality assessment of *Astragali radix* from different production areas by simultaneous determination of thirteen major compounds using tandem UV/charged aerosol detector [J]. J Pharm Biomed Anal, 2019, 165: 233–241.
- [58] 王法宇, 吴迪, 赵凤明, 等. HPLC 法测定消栓颗粒剂中黄芪甲苷的含量[J]. 中国民族民间医药, 2021, 30(1): 31–33.
WANG FY, WU D, ZHAO FM, *et al.* Determination of Astragaloside IV in Xiaoshuangranules by HPLC [J]. Chin J Ethnomed Ethnophar, 2021, 30(1): 31–33.
- [59] 熊有明, 崔虹, 熊学庆. 高效液相-蒸发光散射法测定芪归益母膏中黄芪甲苷含量[J]. 中国药业, 2020, 29(9): 123–125.
XIONG YM, CUI H, XIONG XQ. Determination of astragaloside IV in Qiguiyimu ointment by high performance liquid liquid-evaporative light scattering method [J]. Chin Pharm Ind, 2020, 29(9): 123–125.
- [60] 张岑玥, 王国香, 全姬善. HPLC 测定血复生片中黄芪甲苷的含量[J]. 人参研究, 2020, 32(2): 52–54.
ZHANG CY, WANG GX, QUAN JS. HPLC determination of astragaloside IV in Xuefusheng tablets [J]. Ginseng Study, 2020, 32(2): 52–54.
- [61] 赵磊, 王路宏, 李文君, 等. HPLC-ELSD 法测定益气补血片中黄芪甲苷的含量[J]. 中国药物评价, 2020, 37(6): 451–454.
ZHAO L, WANG LH, LI WJ, *et al.* Determination of astragaloside IV in YiqiBuxue Tablet by HPLC-ELSD [J]. Chin Drug Eval, 2020, 37(6): 451–454.
- [62] 刘璐, 于双雨, 刘艳华. HPLC-ELSD 法测定胃康颗粒中人参皂苷 Rb1 和黄芪甲苷的含量[J]. 药学实践杂志, 2020, 38(4): 359–363.
LIU L, YU SY, LIU YH. Determination of ginsenoside Rb1 and astragaloside IV in Weikang granules by HPLC-ELSD method [J]. J Pharm Pract, 2020, 38(4): 359–363.
- [63] 马宁, 郝娟, 王景雪. HPLC-ELSD 法测定不同产地、剂型黄芪饮片中黄芪甲苷含量[J]. 山西农业科学, 2020, 48(9): 1431–1434.
MA N, HAO J, WANG JX. Determination of astragaloside IV in radix astragalus decoction pieces by HPLC-ELSD [J]. Shanxi Agric Sci, 2020, 48(9): 1431–1434.
- [64] 杨广安, 马海霞, 谭琪明, 等. HPLC-ELSD 法测定黄芪精粉中黄芪甲苷的含量[J]. 广东化工, 2019, 46(21): 134–135, 133.
YANG GA, MA HX, TAN QM, *et al.* Determination of astragaloside IV in astragalus powder by HPLC-ELSD [J]. Guangdong Chem Ind, 2019, 46(21): 134–135, 133.

- [65] 贾福怀, 陆伟, 涂宏建, 等. 黄芪片中黄芪甲苷含量检测方法的改进[J]. 亚太传统医药, 2019, 15(9): 62–65.
JIA FH, LU W, TU HJ, *et al.* Improvement of determination method of astragaloside IV in astragalus decoction pieces [J]. Tradit Med Asia Pacific, 2019, 15(9): 62–65.
- [66] 史鑫波, 唐志书, 刘妍如, 等. HPLC-UV-ELSD 法同时测定黄芪中黄芪皂苷和黄酮类成分[J]. 天然产物研究与开发, 2019, 31(3): 434–440, 458.
SHI XB, TANG ZS, LIU YR, *et al.* Determination of astragaloside saponins and flavonoids in *Radix astragalus* by HPLC-UV-ELSD [J]. Nat Prod Res Dev, 2019, 31(3): 434–440, 458.
- [67] 蔡君. 紫外分光光度法测定黄芪总皂苷口腔黏附缓释片中总皂苷的含量[J]. 中国中医基础医学杂志, 2012, 18(7): 786, 790.
CAI J. Determination of total saponins in *Astragalus membranaceus* in oral adhesive sustained-release tablets by ultraviolet spectrophotometry [J]. Chin J Basic Med Tradit Chin Med, 2012, 18(7): 786, 790.
- [68] 刘凤波, 侯俊玲, 王文全, 等. 不同来源黄芪中黄芪总皂苷含量比较研究[J]. 中国现代中药, 2013, 15(8): 650–654.
LIU FB, HOU JL, WANG WQ, *et al.* Comparative study on the content of total saponins of astragalus from different sources [J]. Mod Chin Med, 2013, 15(8): 650–654.
- [69] 尹震, 宋茜, 赵楚文, 等. 两种紫外-可见分光光度法测定黄芪中总皂苷含量的比较研究[J]. 海峡药学, 2017, 29(6): 24–27.
YIN Z, SONG Q, ZHAO CW, *et al.* Determination of total saponins in *Astragalus membranaceus* by UV-Vis spectrophotometry [J]. Strait Pharm, 2017, 29(6): 24–27.
- [70] 任绪华, 苏婷, 姜文月, 等. 声光可调-近红外漫反射光谱法快速评价黄芪药材质量[J]. 中国药房, 2018, 29(2): 168–171.
REN XH, SU T, JIANG WY, *et al.* Rapid evaluation of quality of *Astragalus membranaceus* by acousto-optic tunable near-infrared diffuse reflectance spectroscopy [J]. Chin Pharm, 2018, 29(2): 168–171.
- [71] 战皓, 吴宏伟, 张东, 等. 近红外光谱法测定不同产地黄芪中毛蕊异黄酮葡萄糖苷和黄芪甲苷含量[J]. 光谱学与光谱分析, 2017, 37(5): 1391–1396.
ZHAN H, WU HW, ZHANG D, *et al.* Determination of isoflavone glucoside and astragaloside IV in *Astragalus membranaceus* from different areas by near infrared spectroscopy [J]. Spectrosc Spect Anal, 2017, 37(5): 1391–1396.
- [72] 韩旭阳, 曾祖平, 彭冰, 等. UPLC/Q-TOF-MS 方法测定黄芪皂苷I、II、IV含量并研究水解对黄芪皂苷类成分的影响[J]. 世界中医药, 2016, 11(3): 523–528, 532.
HAN XY, ZENG ZP, PENG B, *et al.* UPLC/Q - TOF - MS method for determination of astragalus saponin I, II, IV content and study the effect of hydrolysis of astragalus saponin class composition [J]. World Chin Med, 2016, 11(3): 523–528, 532.
- [73] 夏义平, 李建平, 党亚敏, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定黄芪中黄芪甲苷的含量[J]. 中国食品卫生杂志, 2016, 28(5): 624–627.
XIA YP, LI JP, DANG YM, *et al.* Determination of astragaloside IV in astragalus by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Chin J Food Hyg, 2016, 28(5): 624–627.
- [74] 王艳, 胡娟妮, 赵勇, 等. UPLC-MS 法同时测定黄芪中黄芪皂苷I、II、III和IV的含量[J]. 中南药学, 2013, 11(12): 925–928.
WANG Y, HU JN, ZHAO Y, *et al.* Determination of *Astragalus* saponin I, chem, ang and ca in *Radix astragalus* by UPLC-MS [J]. Cent South Pharm, 2013, 11(12): 925–928.
- [75] 高攀峰, 胡明勋, 曹爱华. UPLC 法同时测定甘肃产蒙古黄芪皂苷类成分的含量[J]. 中国药房, 2015, 26(12): 1708–1710.
GAO PF, HU MX, CAO AH. Simultaneous determination of astragalus saponins in Gansu by UPLC method [J]. Chin Pharm, 2015, 26(12): 1708–1710.
- [76] 张松涛, 孙宾娟, 马洁. 超高效液相色谱法测定黄芪降压方提取液中黄芪甲苷、柚皮苷两种活性成分的含量[J]. 右江医学, 2020, 48(10): 779–783.
ZHANG ST, SUN BJ, MA J. Determination of astragaloside IV and naringin in extract of *Astragalus depressurization* formula by ultra-performance liquid chromatography [J]. Youjiang Med J, 2020, 48(10): 779–783.

(责任编辑: 王 欣 张晓寒)

作者简介



赵灵改, 硕士研究生, 主要研究方向为畜产品加工。
E-mail: 1718491268@qq.com



李兴民, 教授, 主要研究方向为畜产品加工。
E-mail: lixingmin@cau.edu.cn