

# 鼻宁喷雾剂的HPLC指纹图谱研究<sup>△</sup>

王 森<sup>1\*</sup>, 邱玉玲<sup>1</sup>, 熊永爱<sup>1</sup>, 欧水平<sup>2</sup>, 王玉和<sup>2#</sup>(1.遵义医学院药学院, 贵州 遵义 563003; 2.遵义医学院附属医院药剂科, 贵州 遵义 563099)

中图分类号 R927 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2017)30-4278-05  
DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2017.30.27

**摘要** 目的:建立鼻宁喷雾剂的高效液相色谱(HPLC)指纹图谱。方法:采用HPLC法。色谱柱为Neptune C<sub>18</sub>,流动相为乙腈-0.2%磷酸溶液(梯度洗脱),流速为1.0 mL/min,检测波长为326 nm,柱温为25 ℃,进样量为10 μL。以芦丁为参照,测定20批样品的HPLC图谱,采用《中药色谱指纹图谱相似度评价系统》(2012版)进行共有峰指认和相似度评价。结果:20批鼻宁喷雾剂的HPLC图谱有40个共有峰,相似度均>0.9。经验证,20批样品HPLC图谱与对照指纹图谱具有较好的一致性。结论:该研究所建指纹图谱可为鼻宁喷雾剂的鉴别和质量评价提供参考。

**关键词** 鼻宁喷雾剂;高效液相色谱法;指纹图谱;芦丁

## Study on HPLC Fingerprint of Bining Nasal Spray

WANG Sen<sup>1</sup>, QIU Yuling<sup>1</sup>, XIONG Yong'ai<sup>1</sup>, OU Shuiping<sup>2</sup>, WANG Yuhe<sup>2</sup>(1.School of Pharmacy, Zunyi Medical College, Guizhou Zunyi 563003, China; 2.Dept. of Pharmacy, the Affiliated Hospital of Zunyi Medical College, Guizhou Zunyi 563099, China)

**ABSTRACT** OBJECTIVE: To establish HPLC fingerprint of Bining nasal spray. METHODS: HPLC method was performed. The determination was performed on Neptune C<sub>18</sub> column with mobile phase consisted of acetonitrile-0.2% phosphoric acid (gradient elution) at the flow rate of 1.0 mL/min. The detection wavelength was set at 326 nm, and the column temperature was 25 ℃. The sample size was 10 μL. Using rutin as reference, HPLC chromatograms of 20 batches of samples were determined. Common peak identification and similarity evaluation were conducted by using *Similarity Evaluation System for TCM Fingerprint* (2012 edition). RESULTS: There were 40 common peaks in HPLC chromatograms of 20 batches of Bining nasal spray, with similarity >0.9. After validation, HPLC chromatograms of 20 batches of samples were in good agreement with the control fingerprints of those. CONCLUSIONS: Established fingerprint can provide reference for identification and quality evaluation of Bining nasal spray.

**KEYWORDS** Bining nasal spray; HPLC; Fingerprint; Rutin

鼻宁喷雾剂是鼻科苗药品种,由鹅不食草和一枝黄花药材经水提醇沉工艺制得,具有疏风解表、清热通窍之功效,临床用于治疗急性、慢性单纯性和过敏性鼻炎等症状。鹅不食草和一枝黄花药材均为菊科植物,所含化学成分复杂,均含挥发油和黄酮类、萜类、甾醇类成分。但该品种现行标准[WS-10548(ZD-0548)-2002-2012Z]中仅鉴别两味药材和测定芦丁的含量,难以全面综合评价其内在质量<sup>[1]</sup>。目前,各地方的鹅不食草和一枝黄花药材标准参差不齐<sup>[2-5]</sup>,几乎均仅限药材鉴别和单一成分含量测定。中药高效液相色谱(HPLC)指纹图谱能全面地反映化学成分信息,已广泛用于中药材或中成药的质量控制。因此,本试验采用HPLC法对鼻宁喷雾剂进行指纹图谱研究,以为全面有效控制该制剂的质量提供参考。

<sup>△</sup> 基金项目:贵州省科技计划项目(No.黔科合SY字[2015]3034);遵义市“15851人才精英工程”科研项目(No.黔科合SY字[2015]3034)

\* 副教授,博士。研究方向:中药外用制剂。电话:0851-28642515。E-mail:wangsen912912@126.com

# 通信作者:主任药师。研究方向:医院药学。电话:0851-28609699。E-mail:1149076068@qq.com

## 1 材料

### 1.1 仪器

1260型HPLC仪,包括DAD检测器(美国Agilent公司);BT125D型电子分析天平(德国Sartorius公司);JA1002型电子分析天平(上海浦春计量仪器有限公司);Exceed-Cd-20型实验室超纯水机(成都艾科水处理设备有限公司)。

### 1.2 试剂

鼻宁喷雾剂[百花医药集团有限公司,批号:20150807、20150815、20150827、20150904、20150912、20150920、20151009、20151017、20151030、20151104、20151114、20151128、20151203、20151214、20151224、20160106、20160112、20160120、20160209、20160217(S1~S20),规格:10 mL/瓶];绿原酸对照品(批号:110753-201415,纯度:96.2%)、芦丁对照品(批号:100080-201409,纯度:92.6%)均购自中国食品药品检定研究院;异绿原酸A对照品(成都普菲德生物技术有限公司,批号:151028,纯度:98.2%);乙腈为色谱纯,其余试剂均为分析纯,水为重蒸水。

### 1.3 药材

鹅不食草、一枝黄花药材均购于贵州省毕节市玲源中药材行,经遵义医学院杨建文主任药师鉴定为真品。

## 2 方法与结果

### 2.1 色谱条件

色谱柱:Neptune C<sub>18</sub>(250 mm×4.6 mm, 5 μm);流动相:乙腈(A)-0.2%磷酸溶液(B),梯度洗脱(0~15 min, 10%→15% A; 15~25 min, 15%→20% A; 25~55 min, 20%→35% A; 55~65 min, 35%→10% A);流速:1.0 mL/min;检测波长:326 nm;柱温:25 ℃;进样量:10 μL<sup>[6-8]</sup>。

### 2.2 溶液的制备

2.2.1 混合对照品溶液 取待测成分对照品适量,精密称定,加50%甲醇溶液制成绿原酸、芦丁和异绿原酸A质量浓度分别为140.00、403.60、322.56 μg/mL的混合对照品溶液。

2.2.2 供试品溶液 取样品适量,经0.45 μm微孔滤膜滤过,取续滤液,即得。

2.2.3 阴性对照溶液 按鼻宁喷雾剂处方和工艺分别制备缺鹅不食草、一枝黄花药材的单一阴性样品和双阴性样品,并按“2.2.2”项下方法制成单一阴性对照溶液和双阴性对照溶液。

### 2.3 方法学考察

2.3.1 精密度试验 取“2.2.2”项下供试品溶液(批号:20150807)适量,按“2.1”项下色谱条件连续进样测定6次,以芦丁的保留时间和峰面积为参照,记录各共有峰相对保留时间和相对峰面积。结果,40个共有峰相对保留时间的RSD<0.5% (n=6),相对峰面积的RSD<2.5% (n=6),表明本方法精密度良好。

2.3.2 稳定性试验 取“2.2.2”项下供试品溶液(批号:20150807)适量,分别于室温下放置0、2、4、6、8、12 h时按“2.1”项下色谱条件进样测定,以芦丁的保留时间和峰面积为参照,记录各共有峰相对保留时间和相对峰面积。结果,40个共有峰相对保留时间的RSD<2.5% (n=6),相对峰面积的RSD<0.5% (n=6),表明供试品溶液室温放置12 h内基本稳定。

2.3.3 重复性试验 精密称取同一批样品(批号:20150807)适量,按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液,共6份,再按“2.1”项下色谱条件进样测定,以芦丁的保留时间和峰面积为参照,记录各共有峰相对保留时间和相对峰面积。结果,40个共有峰相对保留时间的RSD<0.3% (n=6),相对峰面积的RSD<5% (n=6),表明本方法重复性良好。

### 2.4 HPLC 指纹图谱的生成与相似度、共有峰相关分析

2.4.1 HPLC 指纹图谱的生成 取20批样品各适量,按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液,再按“2.1”项下色谱条件进样测定,采用《中药色谱指纹图谱相似度评价系统》(2012版)对20批样品的HPLC图谱进行分析,得HPLC指纹图谱,详见图1、图2。

2.4.2 相似度分析 采用《中药色谱指纹图谱相似度评

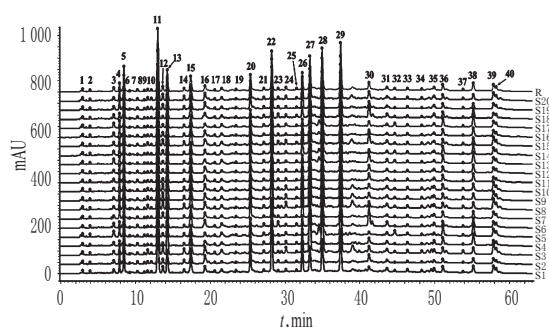


图1 20批样品HPLC叠加指纹图谱

Fig 1 HPLC superposed fingerprints of 20 batches of samples

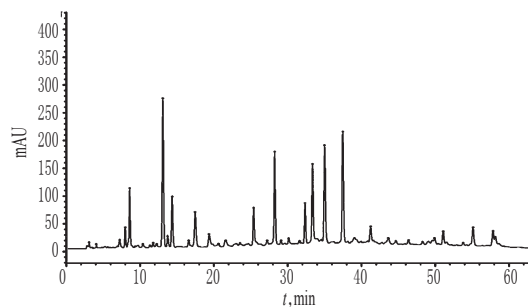


图2 样品HPLC对照指纹图谱

Fig 2 HPLC control fingerprint of sample

价系统》(2012版)对20批样品的HPLC图谱进行比较分析。结果,20批样品(S1~S20)相似度均>0.9,表明20批样品质量稳定,详见表1。

2.4.3 共有峰相关数据分析 采用《中药色谱指纹图谱相似度评价系统》(2012版)对20批样品的HPLC图谱进行比较分析。结果,20批样品有40个共有峰。对比药材图谱可知,7、23号峰来源于鹅不食草药材,1~4、6、8~10、12、14、16、18~21、24、31~40号峰来源于一枝黄花药材,5、11、13、15、17、22、25~30号峰为鹅不食草和一枝黄花药材共有;对比混合对照品图谱可知,11号峰为绿原酸,22号峰为芦丁,28号峰为异绿原酸A。其中,芦丁峰面积较大且稳定,因此选择22号峰(芦丁)作为参照峰,计算其他共有峰相对于22号峰的相对保留时间和相对峰面积,详见表2、表3。

## 3 讨论

### 3.1 指标成分的选择

鹅不食草和一枝黄花药材均含挥发油、黄酮类、萜类等成分,药材质量标准和相关质量研究文献报道多选择黄酮类为指标成分,如绿原酸、芦丁、异绿原酸A、槲皮素和山奈酚等<sup>[9-12]</sup>。预试验中发现样品中的槲皮素和山奈酚含量较低,故最终选择绿原酸、芦丁和异绿原酸A为指标成分。

### 3.2 指纹图谱分析

在本研究中,笔者共发现40个共有峰,成分归属分析表明,12种成分为鹅不食草和一枝黄花药材共有,包括选择的指标成分绿原酸、芦丁和异绿原酸A,这与鹅不食草和一枝黄花药材同属菊科植物有关。从20批样

表1 20批样品相似度评价结果

Tab 1 Similarity evaluation of 20 batches of samples

编号	S1	S2	S3	S4	S5	S6	S7	S8	S9	S10	S11	S12	S13	S14	S15	S16	S17	S18	S19	S20	R
S1	1.000	0.979	0.947	0.948	0.931	0.882	0.998	0.948	0.970	0.983	0.980	0.981	0.919	0.987	0.939	0.992	0.949	0.910	0.993	0.978	0.975
S2	0.979	1.000	0.916	0.917	0.911	0.872	0.982	0.918	0.942	0.955	0.970	0.970	0.904	0.967	0.912	0.984	0.926	0.889	0.995	0.965	0.955
S3	0.947	0.916	1.000	0.961	0.960	0.939	0.946	1.000	0.996	0.990	0.961	0.962	0.961	0.962	0.994	0.953	0.964	0.950	0.937	0.989	0.987
S4	0.948	0.917	0.961	1.000	0.972	0.973	0.948	0.960	0.967	0.968	0.985	0.985	0.985	0.971	0.977	0.959	0.987	0.989	0.943	0.966	0.985
S5	0.931	0.911	0.960	0.972	1.000	0.947	0.936	0.960	0.962	0.960	0.967	0.968	0.986	0.975	0.968	0.961	0.993	0.960	0.932	0.963	0.977
S6	0.882	0.872	0.939	0.973	0.947	1.000	0.885	0.936	0.932	0.924	0.952	0.951	0.987	0.918	0.970	0.908	0.960	0.995	0.891	0.936	0.956
S7	0.998	0.982	0.946	0.948	0.936	0.885	1.000	0.947	0.970	0.982	0.982	0.983	0.923	0.990	0.939	0.995	0.953	0.911	0.994	0.978	0.976
S8	0.948	0.918	1.000	0.960	0.960	0.936	0.947	1.000	0.997	0.990	0.962	0.962	0.960	0.963	0.993	0.955	0.964	0.947	0.939	0.989	0.987
S9	0.970	0.942	0.996	0.967	0.962	0.932	0.970	0.997	1.000	0.998	0.976	0.976	0.959	0.979	0.989	0.973	0.970	0.948	0.962	0.996	0.994
S10	0.983	0.955	0.990	0.968	0.960	0.924	0.982	0.990	0.998	1.000	0.982	0.983	0.954	0.987	0.982	0.983	0.970	0.943	0.974	0.997	0.994
S11	0.980	0.970	0.961	0.985	0.967	0.952	0.982	0.962	0.976	0.982	1.000	1.000	0.972	0.990	0.970	0.990	0.982	0.967	0.983	0.985	0.993
S12	0.981	0.970	0.962	0.985	0.968	0.951	0.983	0.962	0.976	0.983	1.000	1.000	0.971	0.990	0.970	0.991	0.983	0.967	0.983	0.985	0.993
S13	0.919	0.904	0.961	0.985	0.986	0.987	0.923	0.960	0.959	0.954	0.972	0.971	1.000	0.959	0.981	0.947	0.989	0.990	0.924	0.962	0.979
S14	0.987	0.967	0.962	0.971	0.975	0.918	0.990	0.963	0.979	0.987	0.990	0.990	0.959	1.000	0.960	0.996	0.983	0.941	0.984	0.984	0.989
S15	0.939	0.912	0.994	0.977	0.968	0.970	0.939	0.993	0.989	0.982	0.970	0.970	0.981	0.960	1.000	0.951	0.975	0.976	0.934	0.984	0.990
S16	0.992	0.984	0.953	0.959	0.961	0.908	0.995	0.955	0.973	0.983	0.990	0.991	0.947	0.996	0.951	1.000	0.971	0.929	0.993	0.984	0.984
S17	0.949	0.926	0.964	0.987	0.993	0.960	0.953	0.964	0.970	0.970	0.982	0.983	0.989	0.983	0.975	0.971	1.000	0.975	0.948	0.971	0.987
S18	0.910	0.889	0.950	0.989	0.960	0.995	0.911	0.947	0.948	0.943	0.967	0.967	0.990	0.941	0.976	0.929	0.975	1.000	0.913	0.949	0.970
S19	0.993	0.995	0.937	0.943	0.932	0.891	0.994	0.939	0.962	0.974	0.983	0.983	0.924	0.984	0.934	0.993	0.948	0.913	1.000	0.978	0.973
S20	0.978	0.965	0.989	0.966	0.963	0.936	0.978	0.989	0.996	0.997	0.985	0.985	0.962	0.984	0.984	0.984	0.971	0.949	0.978	1.000	0.996
R	0.975	0.955	0.987	0.985	0.977	0.956	0.976	0.987	0.994	0.994	0.993	0.993	0.979	0.989	0.990	0.984	0.987	0.970	0.973	0.996	1.000

表2 20批样品HPLC图谱共有峰的相对保留时间

Tab 2 Relative retention time of common peaks in HPLC chromatograms of 20 batches of samples

峰号	S1	S2	S3	S4	S5	S6	S7	S8	S9	S10	S11	S12	S13	S14	S15	S16	S17	S18	S19	S20	
1	0.105	0.104	0.104	0.105	0.105	0.105	0.105	0.105	0.105	0.105	0.105	0.105	0.105	0.105	0.105	0.105	0.105	0.105	0.105	0.105	0.105
2	0.138	0.139	0.139	0.140	0.140	0.139	0.138	0.139	0.139	0.139	0.140	0.140	0.140	0.140	0.140	0.140	0.140	0.140	0.139	0.139	0.139
3	0.250	0.250	0.252	0.253	0.252	0.253	0.250	0.253	0.253	0.253	0.253	0.253	0.253	0.253	0.253	0.253	0.253	0.253	0.253	0.251	0.252
4	0.279	0.279	0.278	0.279	0.278	0.279	0.279	0.279	0.279	0.279	0.279	0.279	0.279	0.279	0.279	0.279	0.279	0.279	0.278	0.280	0.279
5	0.300	0.300	0.298	0.300	0.299	0.300	0.299	0.301	0.301	0.301	0.300	0.299	0.299	0.299	0.299	0.299	0.300	0.300	0.302	0.301	0.301
6	0.328	0.328	0.326	0.328	0.327	0.328	0.327	0.328	0.328	0.328	0.328	0.328	0.327	0.327	0.328	0.328	0.328	0.328	0.327	0.329	0.328
7	0.365	0.366	0.362	0.365	0.360	0.365	0.364	0.366	0.367	0.366	0.364	0.364	0.364	0.362	0.364	0.364	0.364	0.364	0.366	0.368	0.367
8	0.399	0.399	0.397	0.399	0.397	0.398	0.398	0.399	0.399	0.399	0.399	0.399	0.398	0.398	0.398	0.398	0.398	0.398	0.397	0.399	0.398
9	0.413	0.413	0.411	0.413	0.412	0.413	0.413	0.414	0.414	0.414	0.413	0.412	0.412	0.412	0.412	0.412	0.412	0.412	0.413	0.415	0.414
10	0.431	0.431	0.428	0.430	0.429	0.430	0.430	0.431	0.431	0.431	0.430	0.430	0.429	0.429	0.429	0.430	0.429	0.430	0.433	0.431	0.431
11	0.461	0.461	0.458	0.460	0.459	0.460	0.460	0.461	0.462	0.461	0.460	0.459	0.459	0.459	0.459	0.459	0.460	0.461	0.463	0.461	0.461
12	0.484	0.484	0.482	0.484	0.483	0.484	0.484	0.485	0.485	0.485	0.484	0.483	0.483	0.483	0.483	0.483	0.483	0.483	0.484	0.486	0.484
13	0.506	0.506	0.503	0.505	0.504	0.505	0.505	0.507	0.507	0.507	0.505	0.504	0.504	0.504	0.504	0.504	0.504	0.506	0.508	0.506	0.506
14	0.585	0.586	0.583	0.584	0.584	0.584	0.585	0.586	0.587	0.587	0.584	0.583	0.583	0.583	0.583	0.584	0.584	0.586	0.588	0.586	0.586
15	0.617	0.618	0.615	0.616	0.615	0.616	0.616	0.618	0.619	0.619	0.615	0.614	0.614	0.614	0.615	0.615	0.615	0.618	0.620	0.619	0.619
16	0.683	0.684	0.682	0.683	0.681	0.688	0.683	0.684	0.684	0.684	0.683	0.682	0.686	0.681	0.682	0.682	0.682	0.684	0.685	0.683	0.683
17	0.729	0.730	0.729	0.730	0.728	0.729	0.730	0.730	0.730	0.731	0.731	0.731	0.730	0.730	0.730	0.730	0.730	0.730	0.729	0.731	0.730
18	0.764	0.762	0.764	0.763	0.760	0.760	0.764	0.765	0.765	0.765	0.763	0.762	0.760	0.762	0.764	0.762	0.761	0.762	0.765	0.764	0.764
19	0.832	0.832	0.832	0.832	0.830	0.832	0.833	0.834	0.833	0.834	0.832	0.832	0.831	0.831	0.833	0.832	0.831	0.833	0.834	0.834	0.834
20	0.898	0.899	0.899	0.900	0.899	0.899	0.898	0.899	0.898	0.898	0.900	0.900	0.899	0.899	0.900	0.899	0.899	0.898	0.898	0.898	0.898
21	0.963	0.963	0.963	0.964	0.964	0.964	0.963	0.963	0.963	0.963	0.965	0.965	0.964	0.965	0.964	0.964	0.964	0.962	0.963	0.962	0.962
22(S)	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000
23	1.030	1.030	1.029	1.030	1.030	1.030	1.030	1.030	1.031	1.030	1.029	1.029	1.030	1.030	1.030	1.030	1.030	1.032	1.032	1.032	1.032
24	1.068	1.068	1.068	1.068	1.071	1.067	1.068	1.068	1.068	1.067	1.067	1.067	1.068	1.068	1.068	1.067	1.068	1.068	1.068	1.068	1.067
25	1.118	1.117	1.119	1.118	1.118	1.117	1.119	1.119	1.119	1.119	1.118	1.117	1.118	1.119	1.119	1.119	1.120	1.119	1.120	1.119	1.119
26	1.144	1.144	1.145	1.145	1.145	1.145	1.144	1.144	1.144	1.144	1.145	1.145	1.146	1.146	1.147	1.145	1.146	1.143	1.144	1.144	1.144
27	1.181	1.180	1.181	1.181	1.180	1.180	1.181	1.180	1.180	1.180	1.181	1.181	1.181	1.181	1.183	1.181	1.182	1.181	1.182	1.181	1.181
28	1.240	1.239	1.240	1.239	1.238	1.239	1.239	1.239	1.238	1.238	1.239	1.238	1.239	1.239	1.241	1.239	1.240	1.239	1.240	1.239	1.239
29	1.326	1.325	1.327	1.326	1.326	1.326	1.326	1.326	1.324	1.325	1.327	1.327	1.327	1.327	1.328	1.330	1.327	1.329	1.325	1.327	1.326
30	1.460	1.459	1.461	1.460	1.460	1.459	1.461	1.461	1.459	1.458	1.460	1.460	1.460	1.462	1.464	1.461	1.466	1.463	1.465	1.465	1.463
31	1.547	1.541	1.549	1.549	1.548	1.548	1.546	1.548	1.545	1.544	1.547	1.546	1.549	1.549	1.551	1.548	1.553	1.549	1.548	1.548	1.546
32	1.581	1.581	1.585	1.583	1.586	1.582	1.580	1.582	1.580	1.579	1.584	1.582	1.588	1.589	1.586	1.587	1.589	1.580	1.582	1.581	1.581
33	1.642	1.6																			

续表 2

Continued tab 2

峰号	S1	S2	S3	S4	S5	S6	S7	S8	S9	S10	S11	S12	S13	S14	S15	S16	S17	S18	S19	S20
34	1.711	1.711	1.714	1.714	1.711	1.713	1.711	1.712	1.708	1.707	1.714	1.713	1.713	1.714	1.716	1.712	1.717	1.710	1.713	1.710
35	1.769	1.769	1.773	1.772	1.770	1.770	1.769	1.770	1.766	1.764	1.772	1.771	1.771	1.772	1.773	1.771	1.776	1.767	1.770	1.768
36	1.809	1.809	1.814	1.813	1.811	1.812	1.810	1.811	1.806	1.805	1.814	1.813	1.813	1.814	1.815	1.813	1.817	1.807	1.811	1.809
37	1.905	1.906	1.910	1.909	1.907	1.908	1.906	1.907	1.903	1.900	1.908	1.908	1.908	1.910	1.911	1.908	1.914	1.905	1.907	1.906
38	1.953	1.953	1.958	1.957	1.955	1.956	1.953	1.955	1.950	1.948	1.957	1.956	1.957	1.958	1.960	1.956	1.962	1.951	1.955	1.953
39	2.049	2.049	2.054	2.053	2.051	2.052	2.050	2.051	2.047	2.043	2.053	2.053	2.053	2.055	2.056	2.052	2.059	2.048	2.052	2.050
40	2.061	2.061	2.066	2.066	2.063	2.065	2.061	2.062	2.058	2.055	2.066	2.065	2.066	2.067	2.069	2.065	2.071	2.058	2.063	2.061

表 3 20 批样品 HPLC 图谱共有峰的相对峰面积

Tab 3 Relative peak area of common peaks in HPLC chromatograms of 20 batches of samples

峰号	S1	S2	S3	S4	S5	S6	S7	S8	S9	S10	S11	S12	S13	S14	S15	S16	S17	S18	S19	S20
1	0.023	0.042	0.036	0.029	0.089	0.044	0.024	0.037	0.043	0.028	0.035	0.035	0.071	0.039	0.040	0.043	0.060	0.035	0.032	0.044
2	0.033	0.023	0.016	0.015	0.047	0.066	0.040	0.014	0.013	0.013	0.017	0.018	0.039	0.020	0.017	0.021	0.027	0.020	0.017	0.016
3	0.064	0.106	0.077	0.088	0.284	0.177	0.064	0.076	0.068	0.066	0.097	0.097	0.238	0.120	0.101	0.116	0.186	0.123	0.084	0.089
4	0.129	0.260	0.148	0.085	0.305	0.180	0.128	0.141	0.131	0.128	0.165	0.165	0.258	0.165	0.158	0.193	0.191	0.131	0.193	0.199
5	0.374	0.377	0.693	0.456	0.764	0.936	0.376	0.669	0.536	0.478	0.426	0.426	0.885	0.453	0.777	0.427	0.631	0.714	0.410	0.545
6	0.005	0.014	0.007	0.005	0.027	0.010	0.005	0.007	0.006	0.006	0.005	0.010	0.018	0.010	0.007	0.010	0.017	0.009	0.009	0.009
7	0.036	0.062	0.038	0.063	0.014	0.106	0.037	0.039	0.035	0.034	0.061	0.061	0.079	0.038	0.053	0.044	0.062	0.080	0.048	0.050
8	0.016	0.030	0.022	0.019	0.062	0.022	0.015	0.022	0.019	0.018	0.021	0.021	0.049	0.024	0.022	0.024	0.044	0.019	0.023	0.026
9	0.024	0.054	0.075	0.013	0.039	0.023	0.023	0.077	0.055	0.045	0.025	0.025	0.049	0.023	0.067	0.027	0.040	0.017	0.040	0.066
10	0.025	0.068	0.038	0.024	0.040	0.037	0.024	0.035	0.030	0.029	0.037	0.036	0.066	0.025	0.041	0.031	0.052	0.028	0.044	0.049
11	1.073	1.175	2.502	1.223	2.074	2.139	1.078	2.509	1.895	1.611	1.202	1.203	2.103	1.269	2.424	1.245	1.638	1.594	1.133	1.805
12	0.104	0.133	0.168	0.071	0.141	0.093	0.103	0.168	0.139	0.127	0.099	0.098	0.118	0.106	0.143	0.114	0.105	0.076	0.119	0.150
13	0.385	0.403	0.734	0.468	0.783	0.895	0.386	0.733	0.579	0.510	0.439	0.439	0.836	0.467	0.774	0.450	0.624	0.642	0.395	0.556
14	0.058	0.077	0.125	0.066	0.154	0.096	0.038	0.110	0.079	0.068	0.055	0.056	0.087	0.055	0.101	0.064	0.076	0.071	0.083	0.105
15	0.298	0.541	0.444	0.512	0.633	1.119	0.296	0.442	0.372	0.345	0.515	0.516	0.819	0.362	0.594	0.410	0.550	0.798	0.468	0.500
16	0.137	0.325	0.196	0.169	0.179	0.493	0.138	0.195	0.166	0.155	0.248	0.248	0.294	0.142	0.254	0.198	0.180	0.210	0.226	0.254
17	0.022	0.034	0.029	0.038	0.066	0.067	0.022	0.028	0.024	0.020	0.038	0.038	0.064	0.034	0.037	0.034	0.052	0.043	0.026	0.030
18	0.085	0.062	0.120	0.145	0.282	0.237	0.084	0.116	0.098	0.092	0.124	0.123	0.285	0.135	0.162	0.122	0.212	0.183	0.075	0.091
19	0.021	0.017	0.019	0.028	0.080	0.036	0.014	0.007	0.028	0.043	0.013	0.013	0.058	0.037	0.045	0.037	0.056	0.027	0.037	0.042
20	0.303	0.484	0.402	0.248	0.801	0.409	0.408	0.462	0.372	0.364	0.392	0.407	0.632	0.485	0.391	0.508	0.530	0.253	0.413	0.443
21	0.036	0.068	0.046	0.075	0.126	0.136	0.037	0.043	0.045	0.043	0.071	0.070	0.129	0.062	0.059	0.062	0.099	0.100	0.053	0.056
22(S)	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000
23	0.019	0.069	0.037	0.057	0.031	0.206	0.021	0.037	0.028	0.027	0.057	0.057	0.117	0.026	0.076	0.038	0.047	0.130	0.044	0.052
24	0.037	0.051	0.094	0.074	0.128	0.092	0.039	0.115	0.081	0.065	0.054	0.053	0.119	0.069	0.084	0.042	0.094	0.097	0.045	0.081
25	0.018	0.026	0.023	0.032	0.031	0.101	0.029	0.024	0.014	0.014	0.032	0.029	0.065	0.023	0.041	0.025	0.037	0.088	0.038	0.037
26	0.409	0.525	0.494	0.199	0.234	0.398	0.407	0.493	0.438	0.420	0.344	0.344	0.315	0.331	0.477	0.386	0.227	0.289	0.464	0.497
27	0.429	0.456	1.210	0.972	1.398	2.020	0.478	1.181	0.890	0.754	0.706	0.708	1.701	0.683	1.403	0.550	1.105	1.504	0.502	0.843
28	0.631	0.597	1.732	1.218	1.570	2.371	0.631	1.735	1.265	1.049	0.941	0.944	1.844	0.795	1.909	0.748	1.214	1.703	0.634	1.146
29	0.765	0.698	1.654	1.369	1.778	2.751	0.768	1.624	1.251	1.080	1.078	1.082	2.216	0.994	1.979	0.916	1.613	1.965	0.754	1.175
30	0.083	0.280	0.141	0.232	0.154	1.135	0.108	0.140	0.113	0.083	0.273	0.253	0.619	0.079	0.377	0.151	0.196	0.632	0.196	0.224
31	0.089	0.136	0.110	0.106	0.168	0.272	0.092	0.110	0.103	0.096	0.133	0.133	0.211	0.107	0.153	0.126	0.136	0.186	0.078	0.078
32	0.027	0.022	0.046	0.039	0.252	0.062	0.028	0.050	0.040	0.036	0.033	0.033	0.149	0.083	0.058	0.070	0.145	0.050	0.025	0.038
33	0.052	0.035	0.058	0.055	0.136	0.065	0.051	0.058	0.053	0.042	0.042	0.044	0.118	0.056	0.053	0.053	0.078	0.059	0.048	0.037
34	0.028	0.031	0.052	0.037	0.068	0.063	0.029	0.052	0.040	0.037	0.035	0.035	0.069	0.038	0.055	0.043	0.054	0.049	0.030	0.040
35	0.071	0.069	0.063	0.115	0.092	0.151	0.066	0.069	0.073	0.063	0.088	0.089	0.104	0.062	0.091	0.078	0.144	0.187	0.121	0.074
36	0.117	0.125	0.111	0.207	0.471	0.250	0.119	0.112	0.109	0.110	0.180	0.175	0.380	0.208	0.146	0.188	0.356	0.229	0.134	0.121
37	0.019	0.025	0.064	0.018	0.045	0.039	0.020	0.062	0.038	0.037	0.021	0.021	0.041	0.025	0.056	0.025	0.030	0.022	0.020	0.037
38	0.148	0.167	0.141	0.351	0.801	0.466	0.153	0.145	0.137	0.138	0.264	0.269	0.628	0.302	0.219	0.267	0.585	0.430	0.166	0.155
39	0.159	0.177	0.278	0.143	0.399	0.283	0.155	0.279	0.219	0.194	0.160	0.160	0.343	0.205	0.276	0.196	0.252	0.205	0.165	0.225
40	0.091	0.108	0.146	0.165	0.383	0.291	0.090	0.147	0.118	0.109	0.109	0.111	0.365	0.174	0.161	0.126	0.153	0.154	0.102	0.131

品的相似度分析结果可知,各批样品的 HPLC 图谱与对照指纹图谱之间的相似度良好,均 >0.9,表明不同批次鼻宁喷雾剂所含化学成分基本一致。

综上所述,本研究所建指纹图谱可为鼻宁喷雾剂的鉴别和质量评价提供参考。

#### 参考文献

- [1] 国家食品药品监督管理局.国家药品标准 WS-10548 (ZD-0548)-2002-2012Z[S].2012.
- [2] 国家药典委员会.中华人民共和国药典:一部[S].2015年版.北京:中国医药科技出版社,2015:3,347.
- [3] 贵州省药品监督管理局.贵州省中药材、民族药材质量标准[S].贵阳:贵州科技出版社,2003:4.

# 清痹颗粒的HPLC指纹图谱研究<sup>△</sup>

白雪洁<sup>1\*</sup>, 于淼<sup>2#</sup>, 刘秀华<sup>3</sup>, 白雪媛<sup>4</sup>, 李庆杰<sup>4</sup>(1. 长春医学高等专科学校药理学系, 长春 130031; 2. 长春三德天晟科技有限公司, 长春 130012; 3. 吉林省中医药科学院, 长春 130012; 4. 长春中医药大学研发中心, 长春 130117)

中图分类号 R282.5 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2017)30-4282-04  
DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2017.30.28

**摘要** 目的: 建立清痹颗粒的高效液相色谱(HPLC)指纹图谱。方法: 采用HPLC法。色谱柱为Diamondsil C<sub>18</sub>, 流动相为甲醇-0.3%磷酸溶液(梯度洗脱), 流速为1.0 mL/min, 检测波长为260 nm, 柱温为25 ℃, 进样量为10 μL。以黄芩苷为参照, 测定10批样品的HPLC图谱, 采用《中药色谱指纹图谱相似度评价系统》(2.0版)进行共有峰指认和相似度评价。结果: 10批清痹颗粒的HPLC图谱有29个共有峰, 相似度均>0.90。经验证, 10批样品HPLC图谱与对照指纹图谱具有较好的一致性。结论: 该研究所建指纹图谱可为清痹颗粒的鉴别和质量评价提供参考。

**关键词** 清痹颗粒; 指纹图谱; 高效液相色谱法

## Study on HPLC Fingerprint of Qingbi Granules

BAI Xuejie<sup>1</sup>, YU Miao<sup>2</sup>, LIU Xiuhua<sup>3</sup>, BAI Xueyuan<sup>4</sup>, LI Qingjie<sup>4</sup>(1. Dept. of Pharmacy, Changchun Medical College, Changchun 130031, China; 2. Changchun Sande Tiansheng Technology Co., Ltd. Changchun 130012, China; 3. Jilin Province Academy of TCM Sciences, Changchun 130012, China; 4. Research & Development Center, Changchun University of TCM, Changchun 130117, China)

**ABSTRACT** OBJECTIVE: To establish HPLC fingerprint of Qingbi granules. METHODS: HPLC method was adopted. The determination was performed on Diamondsil C<sub>18</sub> column with mobile phase consisted of methanol-0.3% phosphoric acid (gradient elution) at the flow rate of 1.0 mL/min. The detection wavelength was set at 260 nm, and column temperature was 25 ℃. The sample size was 10 μL. Using baicalin as reference, HPLC chromatograms of 10 batches of samples were determined. Common peak identification and similarity evaluation were performed by using *TCM Chromatographic Fingerprint Similarity Evaluation Software* (2.0 edition). RESULTS: There were 29 common peaks in HPLC chromatograms of 10 batches of samples. The similarity among the 10 batches was more than 0.90. After validation, HPLC chromatograms of 10 batches of samples were in line with control fingerprints. CONCLUSIONS: Established fingerprints can provide reference for identification and quality evaluation of Qingbi granules.

**KEYWORDS** Qingbi granules; Fingerprint; HPLC

清痹颗粒是长春中医药大学附属医院的院内制剂, 由土茯苓、白花蛇舌草、青风藤、络石藤、薏苡仁、黄芩、

苍术、枳实、香附、大黄、甘草等11味中药组合而成, 用于风湿热痹证的治疗, 具有清热解毒、疏风除湿、活血通络

- [4] 香港卫生计划署. 香港中药材标准: 第七册[S]. 2015: 111-122.
- [5] 香港卫生计划署. 香港中药材标准: 第六册[S]. 2014: 755-766.
- [6] 吴静, 程谦凡, 孙莉, 等. 鹅不食草中短叶老鹤草的定量方法研究[J]. 北方药学, 2015, 12(10): 8-9.
- [7] Chan CO, Jin DP, Dong NP, et al. Qualitative and quantitative analysis of chemical constituents of Centipeda minima by HPLC-QTOF-MS & HPLC-DAD[J]. *J Pharm Biomed Anal*, 2016, doi:10.1016/j.jpba.2016.04.029.

- [8] 贾媛, 张恒玉, 柴尧, 等. 东北地区铁线透骨草药材的HPLC指纹图谱研究[J]. 中国药房, 2017, 28(9): 1265-1267.
- [9] 刘杰, 王曙炎, 都恒青. 气象色谱法测定鼻塞通喷雾剂中乙酸菊烯酯的含量[J]. 药物分析杂志, 2005, 25(7): 840-842.
- [10] 刘杰, 侯惠鸣, 屠万倩. 鹅不食草挥发油成分的GC-MS分析[J]. 中草药, 2002, 33(9): 785-786.
- [11] 茅向军, 许乾丽, 鲍家科, 等. 一枝黄花高效液相指纹图谱研究[J]. 中成药, 2011, 33(10): 1657-1659.
- [12] 冯华, 聂明华, 王祥培, 等. HPLC法同时测定一枝黄花药材中绿原酸、芦丁和山奈素的含量[J]. 世界科学技术: 中医药现代化, 2014, 16(4): 904-907.

△ 基金项目: 吉林省科技发展计划项目(No. 20160204021YY)  
\* 讲师, 硕士。研究方向: 天然药物化学成分。E-mail: 43253545@qq.com  
# 通信作者: 工程师。研究方向: 天然药物化学成分。E-mail: miao4596@163.com

(收稿日期: 2017-03-06 修回日期: 2017-05-05)  
(编辑: 张静)