

救必应胃痛片的HPLC指纹图谱研究[△]

蒋秋香^{1*}, 韦雪丹¹, 莫海彦², 黎理³, 蔡毅^{3#}, 马妍¹(1.柳州市食品药品检验所, 广西柳州 545006; 2.桂林市永福县食品药品检验检测中心, 广西永福 541899; 3.广西中医药大学药学院, 南宁 530001)

中图分类号 R284.1 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2018)13-1786-04

DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2018.13.14

摘要 目的:建立救必应胃痛片的指纹图谱,为完善其质量控制提供参考。方法:采用高效液相色谱法建立13批救必应胃痛片的指纹图谱,采用《中药指纹图谱相似度评价系统》(2012年版)对生成的指纹图谱进行分析,并以方中3种药材(木香、肉桂和陈皮)提取液为对照对各共有峰进行归属。结果:13批救必应胃痛片指纹图谱的相似度均大于0.952,共确定了12个共有色谱峰,并指认了其中3、4、10、12号共有色谱峰分别为橙皮苷、桂皮醛、木香炔内酯、去氢木香炔内酯。其中,2、3、5、8、9、11号共有色谱峰归属于陈皮药材,10、12号共有色谱峰归属于木香药材,1、4、6、7号共有色谱峰归属于肉桂药材。结论:本研究为救必应胃痛片的质量控制提供了一定的试验依据。

关键词 救必应胃痛片;高效液相色谱法;指纹图谱

Study on HPLC Fingerprint of Jiubiyong Weitong Tablets

JIANG Qiuxiang¹, WEI Xuedan¹, MO Haiyan², LI Li³, CAI Yi³, MA Yan¹(1.Liuzhou Institute for Food and Drug Control, Guangxi Liuzhou 545006, China; 2.Guilin Yongfu County Food and Drug Inspection and Testing Center, Guangxi Yongfu 541899, China; 3.School of Pharmacy, Guangxi University of TCM, Nanning 530001, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To establish fingerprint for Jiubiyong weitong tablets, and to provide reference for improving quality control of it. METHODS: The fingerprints for 13 batches of Jiubiyong weitong tablets were established by HPLC. Similarity Evaluation System for Chromatographic Fingerprint of TCM (2012 edition) was used to analyze fingerprint. The attribution of common peaks were assigned by using 3 kinds of medicinal materials (*Aucklandia lappa*, *Cinnamomum cassia* and *Citrus reticulata*) extracts as reference. RESULTS: The similarity of 13 batches of Jiubiyong weitong tablets was higher than 0.952, and 12 common chromatographic peaks were observed. No. 3, 4, 10 and 12 common chromatographic peaks were hesperidin, cinnamaldehyde, costuslactone and dehydrocostuslactone, respectively. No. 2, 3, 5, 8, 9, 11 common chromatographic peaks were attributed to *C. reticulata*; No. 10 and 12 common chromatographic peaks were attributed to *A. lappa*; No. 1, 4, 6, 7 common chromatographic peaks were attributed to *C. cassia*. CONCLUSIONS: The study provide certain evidence for quality control of Jiubiyong weitong tablets.

KEYWORDS Jiubiyong weitong tablets; HPLC; Fingerprint

救必应胃痛片由木香、救必应、高良姜、肉桂、陈皮、甘草流浸膏、碳酸氢钠和三硅酸镁等组成,具有镇痛、解痉、制酸、健胃等功效,用于胃、十二指肠溃疡和慢性胃炎属肝胃不和证者^[1]。救必应胃痛片的现行版质量标准为国家食品药品监督管理局颁布的WS-10593(ZD-0593)-2002-2012Z,其项下有3个化学反应鉴别项,用于鉴别处方中的碳酸氢钠、三硅酸镁;3个薄层色谱鉴别项,用于鉴别橙皮苷、桂皮醛和木香;3个含量测定项,用于测定橙皮苷、碳酸氢钠和三硅酸镁的含量。但是中成药中各药材的化学成分繁多且复杂,不同的成分表现出

不同的药效,建立其质量控制方法颇为困难。目前,中药指纹图谱研究是国际上公认且有效的中药质量控制方法^[2]。笔者拟进行探索性研究,建立救必应胃痛片的高效液相色谱(HPLC)指纹图谱,测定13批次救必应胃痛片样品的相关数据,采用《中药指纹图谱相似度评价系统》(2012年版)对图谱和数据进行分析处理和相似度评价,以期控制该制剂质量的稳定性和优良性提供科学依据。

1 材料

1.1 仪器

1525型HPLC仪(美国Waters公司);AE200型电子分析天平(瑞士Mettler-Toledo公司);AS7240BT型超声波清洗器(天津奥特赛恩斯仪器有限公司)。

1.2 药品与试剂

救必应胃痛片[广西圣特药业有限公司,规格:0.36

[△]基金项目:广西壮族自治区教育厅中青年教师基础能力提升项目(No.KY2016YB231)

*主管中药师,硕士。研究方向:药品、食品、化妆品的检验和标准。E-mail:67370082@qq.com

#通信作者:教授,硕士。研究方向:中药材显微鉴别。E-mail: Caiyi118@163.com

g/片,批号:131001、131101、140101、140102、140301、140601、141101、150101、150301、150601、151001、151201、160101,上述13批样品按批号依次简称为S1~S13];木香羟内酯(批号:111524-200503)、去氢木香羟内酯(批号:111525-200505)、桂皮醛(批号:110710-201418)、橙皮苷(批号:110721-200512)对照品和肉桂(批号:121363-200401)、陈皮(批号:120969-200507)、木香(批号:120921-201309)对照药材均来源于中国食品药品检定研究院(其中对照品纯度:均>99.0%);甲醇为色谱纯,水为超纯水。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱:Agilent Eclipse XDB-C₁₈(250 mm×4.6 mm, 5 μm);柱温:35 ℃;流动相:甲醇(A)-水(B)(梯度洗脱:0~30 min,30%→45%A;30~70 min,45%→75%A)^[9-6];检测波长:0~30 min为283 nm,30~70 min为225 nm;流速:1.0 mL/min;进样量:10 μL。

2.2 溶液的制备

2.2.1 混合对照品溶液 精密称取木香羟内酯对照品10.32 mg、去氢木香羟内酯对照品10.09 mg,分别置于100 mL量瓶中,加甲醇溶解并定容,作为对照贮备液A、B;精密称取桂皮醛对照品15.49 mg、橙皮苷对照品15.30 mg,分别置于50 mL量瓶中,加甲醇溶解并定容,作为对照贮备液C、D;分别精密吸取上述对照贮备液A、B、C各1 mL和对照贮备液D 2 mL,置于同一10 mL量瓶中,甲醇定容至刻度,摇匀,即得木香羟内酯质量浓度为10.32 μg/mL、去氢木香羟内酯质量浓度为10.09 μg/mL、桂皮醛质量浓度为30.79 μg/mL和橙皮苷质量浓度为61.20 μg/mL的混合对照品溶液。

2.2.2 供试品溶液 取研细的救必应胃痛片样品0.5 g,精密称定,置于具塞锥形瓶中,精密加入90%甲醇25 mL,称定质量,超声处理(功率:250 W,频率:50 kHz)20 min,放冷,再次称定质量,用90%甲醇补足减失的质量,摇匀,过0.45 μm微孔滤膜,取续滤液,即得^[7-8]。

2.2.3 3种对照药材提取液 分别取木香、肉桂和陈皮3种中药材适量,粉碎,精密称定,置于具塞锥形瓶中,精密加入90%甲醇25 mL,称定质量,超声处理(功率:250 W,频率:50 kHz)20 min,放冷,再次称定质量,用90%甲醇补足减失质量,摇匀,过0.45 μm微孔滤膜,取续滤液,即得。

2.3 方法学验证

2.3.1 专属性试验 取“2.2”项下的混合对照品溶液、供试品(批号:140101)溶液和3种对照药材提取液,按“2.1”项下色谱条件进样测定,记录色谱。结果显示,各个色谱峰间均能达到基线分离,分离度均大于1.5,表明该方法专属性较好。

2.3.2 精密度试验 取同一供试品(批号:140101)溶液,按“2.1”项下色谱条件连续进样6次,记录色谱。以3

号峰橙皮苷为参照峰S,计算各色谱峰的相对保留时间和相对峰面积。结果显示,各特征峰相对保留时间的RSD为0.06%~0.20%(n=6),相对峰面积的RSD为0.37%~2.13%(n=6),表明该方法精密度良好^[9-10]。

2.3.3 重复性试验 精密称取同一批次救必应胃痛片样品(批号:140101)6份,按“2.2”项下方法平行制备6份供试品溶液,按“2.1”项下色谱条件进样测定,记录色谱。以3号峰橙皮苷为参照峰S,计算各色谱峰的相对保留时间和相对峰面积。结果显示,各特征峰相对保留时间的RSD为0.08%~0.27%(n=6),相对峰面积的RSD为0.27%~2.88%(n=6),表明该方法的重复性良好^[9-10]。

2.3.4 稳定性试验 取同一供试品(批号:140101)溶液,室温放置0、2、4、8、12、24 h后分别按“2.1”项下色谱条件进样测定,记录色谱。以3号峰橙皮苷为参照峰S,计算各色谱峰的相对保留时间和相对峰面积。结果显示,各特征峰相对保留时间的RSD为0.06%~0.31%(n=6),相对峰面积的RSD为0.50%~2.76%(n=6),表明该供试品溶液在24 h内稳定性良好^[9-10]。

2.4 HPLC 指纹图谱研究

2.4.1 指纹图谱的生成及相似度、共有峰分析 取13批救必应胃痛片样品,按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液。分别取混合对照品溶液、供试品溶液和3种对照药材提取液,按“2.1”项下色谱条件进样测定,并记录色谱图。采用《中药指纹图谱相似度评价系统》(2012年版)对HPLC图谱进行分析处理,以批号为140101的救必应胃痛片的图谱为参照,经过多点校正、自动匹配,采用均值法生成对照指纹图谱R并进行相关分析。结果显示,共得到12个共有色谱峰,各共有色谱峰与对照指纹图谱R的相似度均大于0.952,并指认了其中3号共有色谱峰为橙皮苷、4号共有色谱峰为桂皮醛、10号共有色谱峰为木香羟内酯、12号共有色谱峰为去氢木香羟内酯。救必应胃痛片样品(批号:140101)和混合对照品的HPLC图见图1,指纹图谱见图2,共有峰的相对保留时间测定结果见表1,共有峰的相对峰面积测定结果见表2(以3号色谱峰为参照),相似度评价结果见表3。

2.4.2 色谱峰的归属 取“2.2.3”项下3种对照药材提取液,按“2.1”项下色谱条件进样测定,记录色谱图,进行色谱峰的归属确认。通过与对照图谱进行比较,确定2、3、5、8、9、11号共有色谱峰归属于陈皮药材,10、12号共有色谱峰归属于木香药材,1、4、6、7号共有色谱峰归属于肉桂药材,3种对照药材提取液的HPLC图见图3。

3 讨论

3.1 流动相的选择

参考2015年版《中国药典》(一部)^[3]中陈皮、桂枝和木香等药材含量测定项下的流动相条件,并结合相关文献^[4-6]报道,笔者在前期预试验中以甲醇为流动相A、水为流动相B分别进行了如下梯度洗脱:(1)0~30 min为

35% A, 30~70 min 为 65% A; (2) 0~20 min 为 38% A, 20~70 min 为 38% → 70% A; (4) 0~20 min 为 38% A, 20~50 min 为 38% → 75% A, 50~60 min 为 75% A; (4)

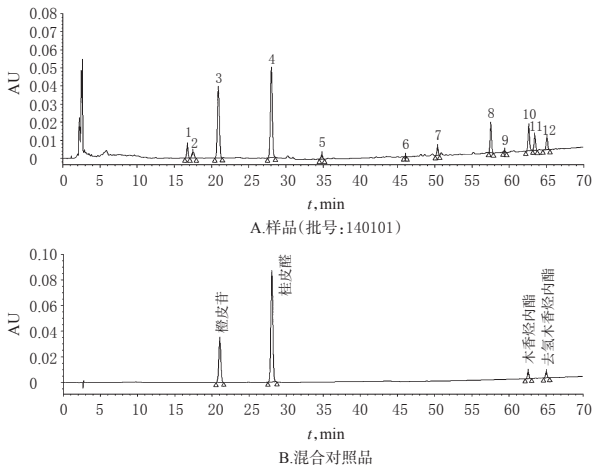


图1 救必应胃痛片样品和混合对照品的HPLC图

Fig 1 HPLC chromatograms of Jiubiyong weitong tablet sample and mixed control

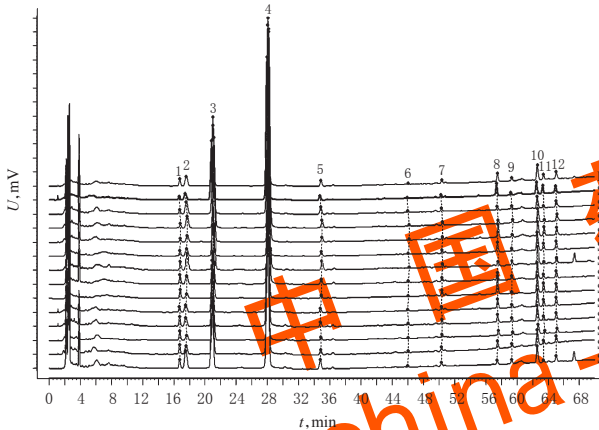


图2 13批救必应胃痛片的指纹图谱

Fig 2 Fingerprint of 13 batches of Jiubiyong weitong tablet

表1 13批救必应胃痛片HPLC图谱共有峰的相对保留时间

Tab 1 Relative retention time of common peaks in HPLC chromatograms of 13 batches of Jiubiyong weitong tablet

峰号	S1	S2	S3	S4	S5	S6	S7	S8	S9	S10	S11	S12	S13
1	0.777 1	0.777 1	0.775 7	0.779 9	0.776 4	0.775 8	0.778 9	0.778 8	0.777 1	0.776 6	0.777 6	0.776 6	0.778 6
2	0.844 1	0.844 1	0.843 7	0.849 1	0.843 5	0.843 2	0.843 6	0.844 1	0.842 6	0.843 3	0.844 0	0.843 4	0.843 5
3(S)	1.000 0	1.000 0	1.000 0	1.000 0	1.000 0	1.000 0	1.000 0	1.000 0	1.000 0	1.000 0	1.000 0	1.000 0	1.000 0
4	1.250 9	1.250 6	1.248 2	1.249 5	1.249 6	1.249 2	1.252 5	1.253 3	1.250 7	1.249 9	1.251 6	1.249 8	1.252 6
5	1.603 3	1.603 0	1.600 3	1.600 9	1.603 5	1.602 4	1.604 2	1.605 4	1.602 6	1.061 7	1.603 8	1.602 8	1.604 5
6	2.057 8	2.060 0	2.055 6	2.056 8	2.061 8	2.060 0	2.050 2	2.049 2	2.046 7	2.049 9	2.058 9	2.062 7	2.048 7
7	2.256 6	2.257 0	2.250 4	2.262 4	2.259 5	2.252 7	2.260 2	2.260 4	2.254 1	2.251 5	2.259 8	2.254 7	2.259 2
8	2.623 8	2.624 2	2.617 3	2.625 6	2.621 8	2.618 9	2.627 8	2.627 8	2.619 2	2.616 8	2.628 8	2.621 1	2.627 0
9	2.699 9	2.700 1	2.693 3	2.701 3	2.697 6	2.697 8	2.704 4	2.704 4	2.695 5	2.692 9	2.705 4	2.699 9	2.703 7
10	2.782 8	2.783 2	2.776 5	2.783 9	2.780 2	2.777 6	2.787 8	2.787 2	2.777 8	2.775 5	2.788 6	2.780 1	2.786 8
11	2.864 3	2.864 6	2.857 9	2.865 2	2.861 5	2.859 0	2.868 9	2.868 2	2.858 8	2.856 6	2.870 2	2.861 4	2.867 9
12	2.882 0	2.882 4	2.875 5	2.883 7	2.879 0	2.876 6	2.887 2	2.886 4	2.876 7	2.874 4	2.887 9	2.879 1	2.886 0

表2 13批救必应胃痛片HPLC图谱共有峰的相对峰面积

Tab 2 Relative peak areas of common peaks in HPLC chromatograms of 13 batches of Jiubiyong weitong tablet

峰号	S1	S2	S3	S4	S5	S6	S7	S8	S9	S10	S11	S12	S13
1	0.139 0	0.138 7	0.138 1	0.140 4	0.139 8	0.139 8	0.138 9	0.138 5	0.138 7	0.138 3	0.137 8	0.139 9	0.137 6
2	0.139 8	0.139 1	0.139 8	0.140 2	0.139 5	0.139 7	0.139 8	0.139 9	0.138 9	0.140 4	0.141 0	0.138 2	0.137 6
3(S)	1.000 0	1.000 0	1.000 0	1.000 0	1.000 0	1.000 0	1.000 0	1.000 0	1.000 0	1.000 0	1.000 0	1.000 0	1.000 0
4	2.489 7	2.480 6	2.473 8	2.448 9	2.451 3	2.448 2	2.581 9	2.566 1	2.541 8	2.512 2	2.503 6	2.435 4	2.577 4
5	0.060 9	0.059 4	0.058 4	0.058 9	0.060 0	0.058 7	0.061 2	0.061 7	0.061 2	0.059 9	0.061 5	0.059 4	0.061 6
6	0.016 2	0.016 2	0.016 6	0.017 4	0.016 5	0.017 1	0.018 4	0.018 0	0.018 0	0.017 7	0.017 9	0.018 2	0.018 1
7	0.062 3	0.062 0	0.061 9	0.061 9	0.062 0	0.062 5	0.062 2	0.063 0	0.062 1	0.061 8	0.062 6	0.063 3	0.062 8
8	0.079 0	0.077 5	0.077 8	0.077 7	0.079 1	0.077 0	0.076 2	0.077 7	0.077 2	0.077 5	0.078 0	0.077 9	0.077 1
9	0.044 9	0.042 7	0.044 4	0.044 8	0.045 1	0.044 5	0.042 4	0.041 8	0.042 4	0.043 9	0.044 7	0.043 6	0.041 6
10	0.176 6	0.174 5	0.174 3	0.174 6	0.174 0	0.174 4	0.184 0	0.184 0	0.180 7	0.179 1	0.176 6	0.171 0	0.184 4
11	0.025 2	0.025 5	0.024 7	0.025 5	0.025 4	0.024 9	0.025 8	0.025 6	0.026 0	0.026 1	0.025 8	0.025 0	0.027 5
12	0.046 4	0.046 3	0.045 2	0.048 5	0.045 0	0.045 9	0.049 4	0.047 8	0.049 1	0.048 0	0.046 8	0.046 6	0.048 8

表3 相似度评价结果

Tab 3 Results of similarity evaluation

样品	S1	S2	S3	S4	S5	S6	S7	S8	S9	S10	S11	S12	S13	R
S1	1.000	0.982	0.993	0.982	0.995	0.958	0.980	1.000	0.995	0.996	1.000	1.000	0.997	0.998
S2	0.982	1.000	0.996	1.000	0.971	0.913	1.000	0.984	0.975	0.991	0.983	0.981	0.989	0.991
S3	0.993	0.996	1.000	0.996	0.987	0.941	0.996	0.994	0.989	0.998	0.993	0.992	0.997	0.998
S4	0.982	1.000	0.996	1.000	0.973	0.913	1.000	0.985	0.975	0.991	0.983	0.981	0.989	0.992
S5	0.995	0.971	0.987	0.972	1.000	0.980	0.969	0.994	1.000	0.993	0.994	0.994	0.994	0.993
S6	0.958	0.913	0.941	0.913	0.980	1.000	0.940	0.955	0.977	0.956	0.957	0.958	0.959	0.952
S7	0.980	1.000	0.996	1.000	0.969	0.910	1.000	0.983	0.973	0.989	0.981	0.979	0.987	0.990
S8	1.000	0.984	0.994	0.985	0.994	0.955	0.983	1.000	0.995	0.997	1.000	1.000	0.997	0.998
S9	0.995	0.975	0.989	0.975	1.000	0.977	0.973	0.993	1.000	0.995	0.995	0.995	0.996	0.994
S10	0.996	0.991	0.998	0.991	0.993	0.986	0.989	0.999	0.995	1.000	0.997	0.996	1.000	0.999
S11	1.000	0.983	0.993	0.983	0.994	0.957	0.981	1.000	0.995	0.997	1.000	1.000	0.997	0.998
S12	1.000	0.981	0.992	0.981	0.994	0.958	0.979	1.000	0.995	0.996	1.000	1.000	0.997	0.997
S13	0.997	0.989	0.997	0.989	0.994	0.959	0.987	0.997	0.996	1.000	0.997	0.997	1.000	0.999
R	0.998	0.991	0.998	0.992	0.993	0.952	0.990	0.998	0.994	0.999	0.998	0.997	0.999	1.000

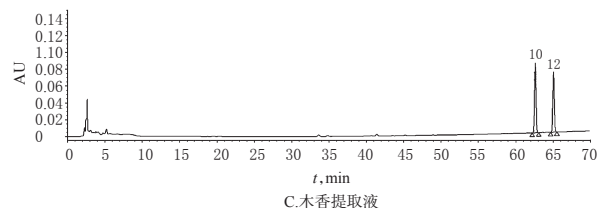
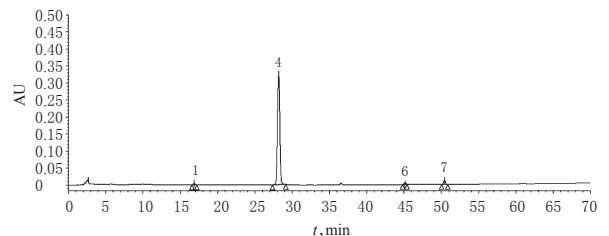
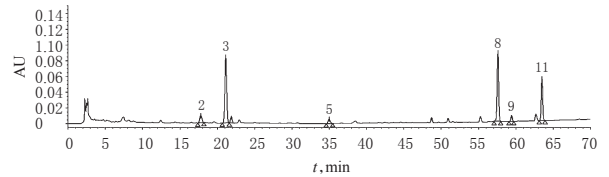


图3 3种对照药材提取液的HPLC图

Fig 3 HPLC chromatograms of 3 reference medicinal materials extracts

0~30 min 为 30%→45% A, 30~70 min 为 45%→75% A。综合分析保留时间、理论板数、基线、杂质影响、分离效果等各方面因素,发现方案(4)为最理想的流动相条件,故本研究以此为洗脱条件。

3.2 检测波长的选择

通过二极管阵列检测器(DAD检测器)在200~600 nm 波长范围内对供试品溶液进行全波长扫描,参考2015年版《中国药典》(一部)^[9]中陈皮、桂枝和木香等药材含量测定项下的检测波长,结合实际的试验操作条件,将0~30 min 检测波长设为283 nm,30~70 min 检测波长设为225 nm。此条件下,图谱基线平稳、色谱峰较多、峰形较好。

3.3 供试品溶液制备方法的选择和优化

在前期研究中,笔者以溶剂体积、甲醇体积分数和提取时间作为考察因素,以去氢木香烃内酯、木香烃内酯、桂皮醛和橙皮苷的得率为考核指标,设计L₉(3³)正交试验,对供试品溶液的提取方法进行了优化,得出最优水平组合为使用90%甲醇25 mL 超声处理(功率:250 W,频率:50 kHz)20 min。此条件下提取的供试品溶液进样后所得的色谱峰个数较多且峰形较好,且为该条件下测定去氢木香烃内酯、木香烃内酯、桂皮醛和橙皮苷的含量奠定了基础。

3.4 3种对照药材选择的依据

笔者曾按照处方比例自制救必应胃痛片样品,用于薄层色谱鉴别和HPLC法测定,经过多次不同提取方法、不同展开系统及不同流动相分离的预试验。结果,薄层板上,救必应对照药材均能在与对照品紫丁香苷和长梗冬青苷色谱相应的位置出现相同颜色的斑点,且斑点清晰,比移值(R_f)适中,能与杂质分离。然而在供试品及按处方比例自制的样品中,却未能出现相应的斑点。HPLC图中,救必应对照药材在与对照品紫丁香苷和长梗冬青苷色谱峰的保留时间处出现相应的色谱峰,分离度均大于1.5,且理论板数均大于4 000,然而在供试品及按处方比例自制的样品中,却未能出现相应的色谱峰。综合上述2个试验结果,故笔者在本研究中未设置救必应药材对照。对于此结果,笔者分析原因可能为以下两点:(1)单味药材的成分较单一,且各成分之间的性质颇为接近,在提取时各成分之间的相互作用较少;(2)救必应药材中的紫丁香苷和长梗冬青苷均为苷类化合物,苷键在酸、碱、酶或氧化的情况下都有可能开裂、水解,与其他几味药混合提取后,成分变得复杂,各成分之间的相互作用、相互影响增大,导致目标成分分解或未能提出,最终导致薄层斑点不清晰,液相色谱不出峰。

3.5 指纹图谱建立的思考

本研究对13批救必应胃痛片样品进行了HPLC指纹图谱研究,共生成12个共有峰,并对12个共有峰进行了药味归属,初步阐明了共有峰来源,并通过与对照指纹图谱对比的方法,将部分色谱峰进行了定性分析。其中,确定2、3、5、8、9、11号峰归属于陈皮药材,指认了3

号峰为橙皮苷峰;1、4、6、7号峰归属于肉桂药材,指认了4号峰为桂皮醛峰。在参照色谱峰的选择上,以3号峰橙皮苷为参照峰S计算各色谱峰的相对保留时间和相对峰面积,是因为橙皮苷峰旁边无杂质峰干扰、基线平直、出峰时间适当且峰面积大小合适。

笔者曾将0~30 min时流动相中的甲醇体积分数调至20%→45%和40%→65%,发现在不同流动相下4 min处色谱峰保留时间未发生改变,故考虑该峰可能为溶剂峰或流动相峰,因此未将此峰作为共有峰处理。本制剂中含6味中药材,各药材成分繁多,种质资源复杂,不同地区采收时间各异,导致药材含量也各有不同,甚至成分也略有差异,批号为131001的样品(S1)和批号为1150101的样品(S8)在68 min处出现色谱峰,而其他12批次在此处未见出峰,这可能与各批次样品中原药材的成分差异有关。

从指纹图谱的相似度来看,13批救必应胃痛片样品生成的对照指纹图谱的相似度在0.952~0.999,相似度较高,表明差异较小、稳定性好,比较客观地体现了该药中木香、陈皮、肉桂等原药材产地的稳定性、生产工艺的成熟性和产品内在质量的稳定均一性。然而,对于该复方制剂中其余各成分的结构确定,比如1、2、5、6、7、8、9和11等8个共有色谱峰在本研究中未能得到指认,还需结合其他试验手段进行深入研究,这将是笔者下一步继续研究的方向。

参考文献

- [1] 国家食品药品监督管理局.国家药品标准ZD-0932号 救必应胃痛片[S].2013-06-06.
- [2] 陈林伟,秦昆明,徐雪松,等.中药指纹图谱数据库的研究现状及展望[J].中草药,2014,45(21):3041-3047.
- [3] 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,2015:62-63.
- [4] 蒋秋香,黄昊,蓝凤良.HPLC法测定香砂养胃片中4种有效成分的含量[J].药物分析杂志,2015,35(9):1669-1673.
- [5] 胡志军,陈建秋.HPLC测定不同基原陈皮药材中陈皮苷含量[J].中国实验方剂学杂志,2012,18(10):95-98.
- [6] 刘宏明,张叶,聂磊.HPLC法同时测定小儿柴桂退热颗粒中葛根素、大豆苷、黄芩苷、大豆苷元、桂皮醛、黄芩素的含量[J].药物分析杂志,2014,34(6):1038-1042.
- [7] 裴贵珍,郭鑫,张雪峰,等.HPLC法同时测定六味能消胶囊中木香烃内酯、去氢木香烃内酯、大黄素、大黄酚的含量[J].药物分析杂志,2015,35(2):241-245.
- [8] 崔璐,孙小玲,郝延军,等.HPLC法同时测定前列癸烷通片中6个有效成分的含量[J].药物分析杂志,2015,35(11):1914-1918.
- [9] 孙绪,姚成芬,付思红,等.苗药朱砂根的HPLC指纹图谱研究[J].中国药房,2017,28(30):4285-4288.
- [10] 金玲,娄涛涛,刘旋,等.辣木叶的HPLC指纹图谱[J].中国实验方剂学杂志,2017,23(8):86-91.

(收稿日期:2017-11-02 修回日期:2018-04-08)

(编辑:林 静)