

西帕依麦孜彼子口服液的质量标准提高研究[△]

戎晓娟^{1*}, 康雨彤¹, 贺金华^{1#}, 贺晓帆², 王增慧²(1.新疆维吾尔自治区药物研究所, 乌鲁木齐 830004; 2.新疆奇康哈博维药股份有限公司, 乌鲁木齐 830026)

中图分类号 R284.1 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2018)16-2238-05
DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2018.16.17

摘要 目的:提高西帕依麦孜彼子口服液的质量标准。方法:采用薄层色谱法(TLC)对制剂中梔子、芡实、绵萆薢、金樱子和桑椹药材进行定性鉴别。采用高效液相色谱法测定制剂中梔子苷的含量,色谱柱为 Waters Cosmosil C₁₈,流动相为甲醇-水(梯度洗脱),流速为 1.0 mL/min,检测波长为 240 nm,柱温为 30 ℃,进样量为 10 μL。结果:梔子、芡实、绵萆薢、金樱子和桑椹药材的 TLC 图斑点清晰,分离度好,阴性对照无干扰。梔子苷检测质量浓度线性范围为 9.9~198.0 μg/mL($r=0.999\ 9$);定量限为 9.9 μg/mL;加样回收率为 97.30%~101.09%(RSD=1.35%, $n=6$);中间精密度、稳定性、重复性试验的 RSD 均小于 2%;耐用性试验的 RSD 均小于 2%。结论:该研究所建标准可用于西帕依麦孜彼子口服液的质量控制。

关键词 西帕依麦孜彼子口服液;薄层色谱法;高效液相色谱法;含量测定;梔子苷

Study on the Improvement of Quality Standard for Xipayi Mzibizi Oral Liquid

RONG Xiaojuan¹, KANG Yutong¹, HE Jinhua¹, HE Xiaofan², WANG Zenghui²(1. Xinjiang Uygur Autonomous Region Institute of Material Medic, Urumqi 830004, China; 2. Xinjiang CiconHabo Uighur Medicine Co., Ltd., Urumqi 830026, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To improve the quality standard of Xipayi mzibizi oral liquid. METHODS: TLC was used to identify *Gardenia jasminoides*, *Euryale ferox*, Dioscoreae Spongiosae Rhizoma, *Rosa laevigata*, *Morus alba*, qualitatively. The content of geniposide in the preparation was determined by HPLC. The determination was performed on Waters Cosmosil C₁₈ column with mobile phase consisted of methanol-water (gradient elution) at the flow rate of 1.0 mL/min. The detection wavelength was set at 240 nm, and column temperature was 30 ℃. The sample size was 10 μL. RESULTS: TLC spots of *G. jasminoides*, *E. ferox*, Dioscoreae Spongiosae Rhizoma, *R. laevigata*, *M. alba* were clear and well-separated without interference from negative control. The linear range of geniposide were 9.9~198.0 μg/mL ($r=0.999\ 9$). The limit of quantitation was 9.9 μg/mL; the recoveries were 97.30%-101.09% (RSD=1.35%, $n=6$). RSDs of inter-precision, stability and reproducibility tests were all lower than 2%. RSDs of durability tests were lower than 2%. CONCLUSIONS: Established standard can be used for quality control of Xipayi mzibizi oral liquid.

KEYWORDS Xipayi mzibizi oral liquid; TLC; HPLC; Content determination; Geniposide

民族药制剂现阶段质量标准水平较低,有待提高和完善。国家药典委员会将维吾尔药制剂西帕依麦孜彼子口服液列为 2015 年度国家药品标准提高项目(中药)品种。该制剂由梔子、芡实、绵萆薢、金樱子和桑椹等 5 味药材组合而成,具有增强机体营养力、排泄力和清浊利尿的功效,临床多用于前列腺炎与前列腺增生所致诸证的治疗。该制剂现有标准收载于《中华人民共和国卫生部药品标准·维吾尔药分册》(1999 年版)^[1],此标准只列入了成品性状、桑椹的薄层色谱(TLC)鉴别及合剂项下规定的检查项,无制剂中其他药材的鉴别及含量测定,标准欠全面。为此,本课题组对该制剂进行全面深入研究,首先建立了梔子^[2-3]、芡实^[4]、绵萆薢^[5]、金樱子^[6]、

桑椹^[7-8]的 TLC 鉴别方法,后以梔子有效成分梔子苷作为含量测定指标,建立了专属性较强的高效液相色谱法(HPLC),旨在为完善和提高该制剂的质量标准提供参考。

1 材料

1.1 仪器

U3000 型 HPLC 仪,包括二极管阵列检测器(美国 Thermo Fisher Scientific 公司);BP211D 型十万分之一电子分析天平(德国 Sartorius 公司);SK3300HP 型超声波清洗器(上海科导超声仪器有限公司);DT-500A 型百分之一电子计数天平(常熟市金羊砝码仪器有限公司金羊天平仪器厂);DZTW 型调温电热套、XMTD-4000 型电热恒温水浴锅、202-O 型台式干燥箱(北京市永光明医疗仪器厂);RE-201D 型旋转蒸发器(巩义市予华仪器有限责任公司);WFH-201B 型紫外透射反射仪(上海精科实业有限公司);SP-20E 型全自动点样仪(上海科哲生化科技有限公司)。

1.2 药品与试剂

[△] 基金项目:新疆维吾尔自治区天山创新团队计划项目(No.2017D14014)

* 副研究员,硕士。研究方向:中药药物分析。电话:0991-2322941。E-mail:109303620@qq.com

通信作者:研究员,硕士。研究方向:中药药物质量及物质基础。电话:0991-2326572。E-mail:hejh1216@163.com

西帕依麦孜彼子口服液(新疆奇康哈博维药股份有限公司,批号:160334、160351、160439、160440、160441、160442、160443、160529、160530、160628,规格:10 mL/支); 梔子苷对照品(批号:110749-201316,纯度:97.5%)、梔子对照药材(批号:120986-201309)、芡实对照药材(批号:121421-201303)、绵萆薢对照药材(批号:121545-200501)、金樱子对照药材(批号:121047-201204)、桑椹对照药材(批号:121158-201103)均购于中国食品药品检定研究院;硅胶G(青岛海洋化工有限公司);乙腈、甲醇为色谱纯,其余试剂均为分析纯,水为超纯水。

1.3 药材

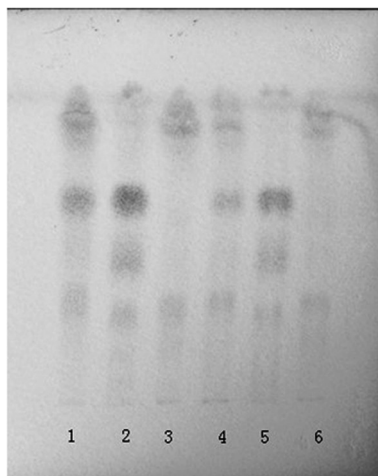
梔子(批号:151228-1)、芡实(批号:160229-2)、绵萆薢(批号:160229-3)、金樱子(批号:160229-4)和桑椹(批号:140626-1)药材均购于新疆奇康哈博维药股份有限公司,经新疆维吾尔自治区药物研究所民族药室何江副研究员鉴定为真品。

2 方法与结果

2.1 TLC鉴别

2.1.1 梔子 取样品20 mL,蒸干,残渣加丙酮1 mL使溶解,制成供试品溶液。取梔子对照药材细粉(过2号筛)0.2 g,加水20 mL,加热回流1 h,滤过,滤液蒸干,残渣加丙酮1 mL使溶解,制成对照药材溶液。按西帕依麦孜彼子口服液处方和工艺制备缺梔子的阴性样品,并按供试品溶液制备方法制成阴性对照溶液。按2015年版《中国药典》(四部)TLC法^[9]试验,吸取上述3种溶液各20 μ L,分别点于同一硅胶G薄层板上,以乙酸乙酯-丙酮-甲酸-水(10:10:2:1, V/V/V/V)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以10%硫酸乙醇溶液,105 $^{\circ}$ C加热至斑点显色清晰,置日光灯下检视。结果,供试品色谱中,在与对照药材色谱相应位置上显相同颜色的斑点,阴性对照无干扰,详见图1。

2.1.2 芡实 取样品50 mL,用二氯甲烷振摇提取2次,每次50 mL,合并2次提取液,蒸干,残渣加乙酸乙酯1 mL使溶解,制成供试品溶液。取芡实对照药材细粉(过2号筛)0.5 g,加二氯甲烷30 mL,超声(功率:160 W,频率:59 kHz,下同)处理20 min,滤过,滤液蒸干,残渣加乙酸乙酯1 mL使溶解,制成对照药材溶液。按西帕依麦孜彼子口服液处方和工艺制备缺芡实的阴性样品,并按供试品溶液制备方法制成阴性对照溶液。按2015年版《中国药典》(四部)TLC法^[9]试验,吸取上述3种溶液各20 μ L,分别点于同一硅胶G薄层板上,以正己烷-丙酮(4:1, V/V)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以10%硫酸乙醇溶液,105 $^{\circ}$ C加热至斑点显色清晰,置日光灯下检视。结果,供试品色谱中,在与对照药材色谱相应位置上显相同颜色的斑点,阴性对照无干扰,详见图2。

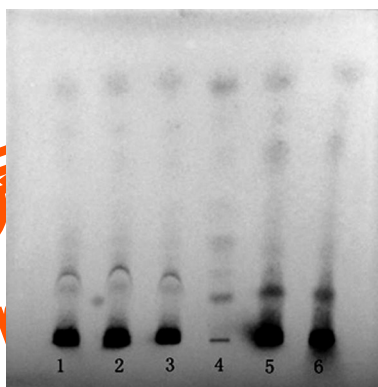


注:1、4.供试品;2、5.对照药材;3、6.阴性对照

Note: 1, 4. test samples; 2, 5. reference substances; 3, 6. negative controls

图1 梔子的薄层色谱图

Fig 1 TLC chromatogram of *Gardenia jasminoides*



注:1~3.供试品;4.阴性对照;5、6.对照药材

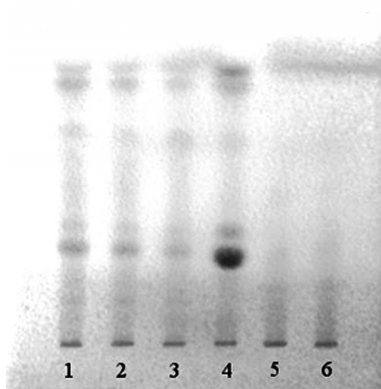
Note: 1-3. test samples; 4. negative control; 5, 6. reference substances

图2 芡实的薄层色谱图

Fig 2 TLC chromatogram of *Euryale ferox*

2.1.3 绵萆薢 取样品40 mL,加甲醇100 mL,加热回流1 h,滤过,滤液加盐酸5 mL,加热回流2 h,放冷,用石油醚振摇提取3次,每次100 mL,合并3次提取液,蒸干,残渣加甲醇1 mL使溶解,制成供试品溶液。取绵萆薢对照药材细粉(过2号筛)0.1 g,加甲醇50 mL,按供试品溶液制备方法制成对照药材溶液。按西帕依麦孜彼子口服液处方和工艺制备缺绵萆薢的阴性样品,并按供试品溶液制备方法制成阴性对照溶液。按2015年版《中国药典》(四部)TLC法^[9]试验,吸取上述3种溶液各20 μ L,分别点于同一硅胶G薄层板上,以正己烷-丙酮(4:1, V/V)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以5%香草醛硫酸溶液,105 $^{\circ}$ C加热至斑点显色清晰,置日光灯下检视。结果,供试品色谱中,在与对照药材色谱相应位置上显相同颜色的斑点,阴性对照无干扰,详见图3。

2.1.4 金樱子 取样品20 mL,用乙酸乙酯振摇提取2次,每次20 mL,合并2次提取液,蒸干,残渣加甲醇1 mL



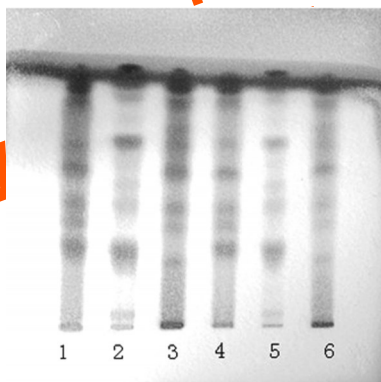
注:1~3.供试品;4.对照药材;5,6.阴性对照

Note: 1-3. test samples; 4. reference substance; 5, 6. negative controls

图3 绵萆藨的薄层色谱图

Fig 3 TLC chromatogram of Dioscoreae Spongiosae Rhizoma

使溶解,制成供试品溶液。取金樱子对照药材细粉(过2号筛)1 g,加乙醇30 mL,超声处理30 min,滤过,滤液蒸干,残渣加水20 mL使溶解,按供试品溶液制备方法制成对照药材溶液。按西帕依麦孜彼子口服液处方和工艺制备缺金樱子的阴性样品,并按供试品溶液制备方法制成阴性对照溶液。按2015年版《中国药典》(四部)TLC法^[9]试验,吸取上述3种溶液各20 μL,分别点于同一硅胶G薄层板上,以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-甲酸(5:5:1:0.1, V/V/V/V)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以5%磷钼酸乙醇溶液,105 ℃加热至斑点显色清晰,置日光下检视。结果,供试品色谱中,在与对照药材色谱相应位置上显相同颜色的斑点,阴性对照无干扰,详见图4。



注:1,4.供试品;2,5.阴性对照;3,6.对照药材

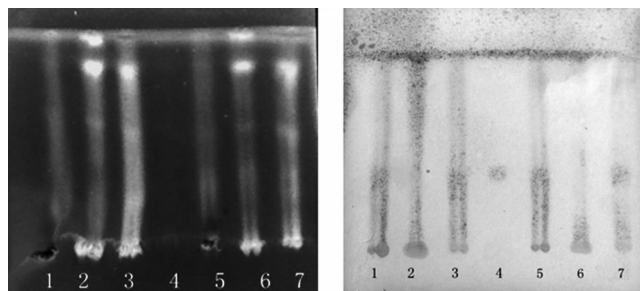
Note: 1, 4. test samples; 2, 5. negative controls; 3, 6. reference substances

图4 金樱子的薄层色谱图

Fig 4 TLC chromatogram of Rosa laevigata

2.1.5 桑椹 取样品20 mL,用水饱和的正丁醇振摇提取2次,每次10 mL,合并2次提取液,用无水硫酸钠脱水,蒸干,残渣加甲醇1 mL使溶解,制成供试品溶液。取栀子苷对照品适量,加甲醇制成质量浓度为2 mg/mL的对照品溶液。取桑椹对照药材细粉(过2号筛)5 g,加60%乙醇溶液30 mL,加热回流1 h,滤过,滤液浓缩至

10 mL,按供试品溶液制备方法制成对照药材溶液。按西帕依麦孜彼子口服液处方和工艺制备缺桑椹的阴性样品,并按供试品溶液制备方法制成阴性对照溶液。按2015年版《中国药典》(四部)TLC法^[9]试验,吸取上述4种溶液各20 μL,分别点于同一硅胶G薄层板上,以乙酸乙酯-冰醋酸-水(15:2:4, V/V/V)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365 nm)下检视;或喷以5%磷钼酸乙醇溶液,热风吹至斑点显色清晰,置日光灯下检视。结果,供试品色谱中,在与对照品和对照药材色谱相应位置上显相同颜色的斑点,阴性对照无干扰,详见图5。



A.紫外光灯下

B.日光灯下

注:1,5.阴性对照;2,6.对照药材;3,7.供试品;4.对照品

Note: 1, 5. negative controls; 2, 6. reference substances; 3, 7. test samples; 4. substance control

图5 桑椹的薄层色谱图

Fig 5 TLC chromatograms of Morus alba

2.2 含量测定

2.2.1 色谱条件 色谱柱: Waters Cosmosil C₁₈ (250 mm×4.6 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇(A)-水(B), 梯度洗脱(0~5 min, 5% A→10% A; 5.01~13 min, 20% A→56% A; 13.01~18 min, 80% A; 18.01~23 min, 5% A); 流速: 1.0 mL/min; 检测波长: 240 nm; 柱温: 30 ℃; 进样量: 10 μL^[10-12]。

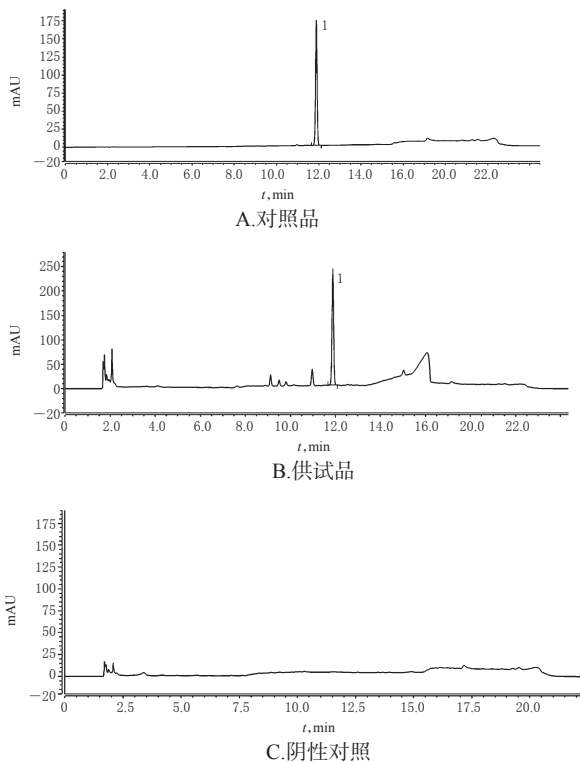
2.2.2 对照品溶液的制备 取栀子苷对照品适量,精密称定,加50%甲醇溶液制成质量浓度为100 μg/mL的对照品溶液。

2.2.3 供试品溶液的制备 精密量取样品1 mL,置于10 mL量瓶中,加50%甲醇溶液定容,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

2.2.4 阴性对照溶液的制备 按西帕依麦孜彼子口服液处方和工艺制备缺栀子的阴性样品,并按“2.2.3”项下方法制成阴性对照溶液。

2.2.5 专属性试验 取上述对照品溶液、供试品溶液、阴性对照溶液各适量,按“2.2.1”项下色谱条件进样测定,记录色谱图,详见图6。结果,阴性对照在与栀子苷对照品保留时间相应处无色谱峰干扰,表明本方法专属性良好。

2.2.6 线性关系考察 精密称取栀子苷对照品适量,加50%甲醇溶液制成质量浓度为0.99 mg/mL的对照品贮备液,再加50%甲醇溶液稀释制成栀子苷质量浓度分别为9.9、49.5、99.0、148.5、198.0 μg/mL的系列对照品溶



注:1. 栀子苷

Note: 1. geniposide

图6 高效液相色谱图

Fig 6 HPLC chromatograms

液。精密量取上述系列对照品溶液各10 μL,按“2.2.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积。以栀子苷质量浓度($x, \mu\text{g/mL}$)为横坐标,峰面积(y)为纵坐标进行线性回归,得回归方程 $y=0.1804x+0.0471$ ($r=0.9999$)。结果表明,栀子苷检测质量浓度线性范围为9.9~198.0 μg/mL。

2.2.7 定量限考察 分别精密量取“2.2.2”项下对照品溶液适量,倍比稀释,并按“2.2.1”项下色谱条件进样测定,以信噪比10:1计算定量限,得栀子苷定量限为9.9 μg/mL。

2.2.8 中间精密度试验 由2名分析员分别在不同日期精密称取样品(批号:160351)适量,按“2.2.3”项下方法制备供试品溶液,各6份,再按“2.2.1”项下色谱条件在不同仪器上进样测定,记录峰面积。结果,栀子苷峰面积的RSD为1.23%($n=6$),表明本方法中间精密度良好。

2.2.9 稳定性试验 取“2.2.3”项下供试品溶液(批号:160351)适量,分别于室温下放置0、2、4、6、8、12、24、48 h时按“2.2.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积。结果,栀子苷峰面积的RSD为0.27%($n=8$),表明供试品溶液在室温下放置48 h内基本稳定。

2.2.10 重复性试验 精密称取样品(批号:160351)适量,共6份,按“2.2.3”项下方法制备供试品溶液,再按“2.2.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积并计算样品含量。结果,栀子苷含量平均值为1.085 mg/mL, RSD为0.60%($n=6$),表明本方法重复性良好。

2.2.11 加样回收率试验 取已知含量样品(批号:

160351)适量,共6份,分别加入一定质量浓度的栀子苷对照品溶液适量,按“2.2.3”项下方法制备供试品溶液,再按“2.2.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积并计算加样回收率,结果见表1。

表1 加样回收率试验结果($n=6$)

Tab 1 Results of recovery tests($n=6$)

取样量,mL	样品含量,mg	加入量,mg	测得量,mg	加样回收率,%	平均加样回收率,%	RSD,%
0.5	0.5425	0.5324	1.0733	99.70		
0.5	0.5425	0.5324	1.0645	98.04		
0.5	0.5425	0.5324	1.0850	101.09	99.15	1.35
0.5	0.5425	0.5324	1.0730	99.65		
0.5	0.5425	0.5324	1.0576	97.30		
0.5	0.5425	0.5324	1.0702	99.12		

2.2.12 耐用性试验 (1)色谱柱考察:精密称取样品(批号:160442)适量,按“2.2.3”项下方法制备供试品溶液,再按“2.2.1”项下色谱条件[分别设置色谱柱为YMC-Pack ODS-A C_{18} (250 mm×4.6 mm, 5 μm)、Cosmosil Waters C_{18} (250 mm×4.6 mm, 5 μm)、Phenomenex Luna C_{18} (250 mm×4.6 mm, 5 μm)]进样测定,记录峰面积并计算样品含量,结果见表2。结果表明,色谱柱发生一定程度变化时,本方法能满足试验要求,耐用性良好。(2)流速考察:精密称取样品(批号:160442)适量,按“2.2.3”项下方法制备供试品溶液,再按“2.2.1”项下色谱条件(分别设置流速为0.9、1.0、1.1 mL/min)进样测定,记录峰面积并计算样品含量,结果见表2。结果表明,流速发生一定程度变化时,本方法能满足试验要求,耐用性良好。(3)柱温考察:精密称取样品(批号:160442)适量,按“2.2.3”项下方法制备供试品溶液,再按“2.2.1”项下色谱条件(分别设置柱温为25、30、35 ℃)进样测定,记录峰面积并计算样品含量,结果见表2。结果表明,柱温发生一定程度变化时,本方法能满足试验要求,耐用性良好。

表2 耐用性试验结果

Tab 2 Results of durability tests

试验条件	设定	栀子苷		
		含量,mg/mL	含量平均值,mg/mL	RSD,%
色谱柱	YMC-Pack ODS-A C_{18} (250 mm×4.6 mm, 5 μm)	1.071	1.076	0.53
	Waters Cosmosil C_{18} (250 mm×4.6 mm, 5 μm)	1.082		
	Phenomenex Luna C_{18} (250 mm×4.6 mm, 5 μm)	1.074		
流速	0.9 mL/min	1.098	1.087	0.85
	1.0 mL/min	1.082		
	1.1 mL/min	1.082		
柱温	25 ℃	1.104	1.091	1.06
	30 ℃	1.082		
	35 ℃	1.087		

2.2.13 样品含量测定 取10批样品各适量,分别按“2.2.3”项下方法制备供试品溶液,再按“2.2.1”项下色谱条件进样测定,平行测定3次,记录峰面积并计算样品含量,结果见表3。

3 讨论

民族医药是我国各少数民族在长期生产和与疾病作斗争的医疗实践中逐步摸索总结出来的,具有较好的临床应用基础,是我国传统医药的重要组成部分,但其

表3 样品含量测定结果($n=3, \text{mg/mL}$)Tab 3 Results of content determination of samples ($n=3, \text{mg/mL}$)

批号	含量	含量平均值
160334	1.148	
160351	1.116	
160439	1.130	
160440	1.071	
160441	1.023	1.081
160442	1.185	
160443	1.014	
160529	1.023	
160530	1.013	
160628	1.083	

整体质量标准水平较低,仍然多集中于药材基源及鉴定的研究,并未充分利用现代分离分析技术和方法对其物质基础进行深入探讨,大多数尚未建立多组分、多指标的质量控制体系,严重制约了民族医药的发展。本课题组在对维吾尔药制剂西帕依麦孜彼子口服液深入研究的基础上,提高并拟定了新的质量标准,希望有助于推动维吾尔药质量标准的提高。

在芡实的TLC鉴别研究中,笔者曾用乙酸乙酯-冰醋酸-水(15:2:4, $V/V/V$)为展开剂,同时筛选了不同的显色剂(10%硫酸乙醇溶液、三氯化铝试液、5%香草醛硫酸溶液)^[9],但均出现了无明显斑点、拖尾等现象。而以正己烷-丙酮(4:1, V/V)为展开剂,10%硫酸乙醇溶液为显色剂,斑点清晰、圆整,阴性对照无干扰,故以此作为芡实TLC鉴别方法。

在绵萆藨的TLC鉴别研究中,笔者曾用三氯甲烷-丙酮(9:1, V/V)为展开剂^[14],喷以10%磷钼酸乙醇溶液显色,结果斑点拖尾严重,阴性对照有干扰。又尝试用正己烷-丙酮(4:1, V/V)为展开剂,喷以10%磷钼酸乙醇溶液显色,结果斑点仍不清晰,阴性对照仍有干扰,后改用5%香草醛硫酸溶液为显色剂,结果斑点清晰,阴性对照无干扰,故以此作为绵萆藨TLC鉴别方法。

在金樱子的TLC鉴别研究中,笔者曾用三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-甲酸(6:4:1:0.1, $V/V/V/V$)为展开剂^[13-14],10%硫酸乙醇溶液为显色剂,结果斑点不清晰;进而尝试用乙酸乙酯-丙酮-甲酸-水(5:5:1:1, $V/V/V/V$)为展开剂,10%硫酸乙醇溶液为显色剂,结果展开剂极性过大,无明显斑点。而以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-甲酸(5:5:1:0.1, $V/V/V/V$)为展开剂,5%磷钼酸乙醇溶液为显色剂,斑点数较多、清晰,阴性对照无干扰,故以此作为金樱子TLC鉴别方法。

维吾尔药制剂的组成复杂,且采用不同的工艺会使得制剂的成分也有所不同。笔者参考文献^[15-16]前期分别选择芦丁、栀子苷、白藜芦醇和薯蓣皂苷进行了测定,发

现栀子苷为该制剂的主要成分,其他成分含量均较低,不适合作为含量测定指标性成分。故选择栀子苷作为该制剂的含量测定指标性成分。

在栀子苷对照品的溶剂考察中,笔者分别筛选了乙醇、甲醇、50%甲醇溶液,结果发现,栀子苷在甲醇和乙醇中虽然溶解较好,但出现峰分叉,这一现象可能是由于溶剂效应造成的;而栀子苷在50%甲醇溶液中不仅易溶,且峰形尖锐对称,故最终选择50%甲醇溶液作为对照品溶液制备所用溶剂。

综上所述,本研究所建标准可用于西帕依麦孜彼子口服液的质量控制。

参考文献

- [1] 卫生部. 中华人民共和国卫生部药品标准:维吾尔药分册[S]. 1999年版. 乌鲁木齐:新疆科技卫生出版社, 1999:122.
- [2] 刘建清,王庆芬,曹毅祥,等. 复方茵陈合剂质量标准的建立[J]. 中国药师, 2016, 19(4): 790-792.
- [3] 陆静娴,谭春梅,陈碧莲,等. 明目上清丸质量标准改进[J]. 药物分析杂志, 2016, 36(11): 2051-2058.
- [4] 王勇,刘阳,殷军. 中药绵萆藨的研究进展[J]. 沈阳药科大学学报, 2007, 24(6): 374-379.
- [5] 杨晓曦,张庆林. 中药芡实的研究进展[J]. 国际药学研究杂志, 2015, 42(2): 160-164.
- [6] 周小雷,王硕,樊溪源,等. 瑶药落懂紧(金樱子)根药材质量标准研究[J]. 中成药, 2012, 34(12): 2403-2407.
- [7] 陈诚,王柳洋,辛华. 桑椹的质量分析方法研究[J]. 广西中医药, 2016, 39(5): 76-79.
- [8] 杨文学,万德光. 桑树总生物碱分析方法与提取方法的探讨[J]. 时珍国医国药, 2008, 19(5): 1043-1045.
- [9] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典:四部[S]. 2015年版. 北京:中国医药科技出版社, 2015:57-59.
- [10] 张红玉,胡松谋,刘剑,等. 龙胆泻肝片质量标准研究[J]. 中国现代中药, 2016, 18(7): 913-915.
- [11] 石新华,杨柳,陈红. 苓栀鱼合剂的薄层色谱鉴别[J]. 时珍国医国药, 2014, 25(2): 374-375.
- [12] 袁敏,张贞丽. 淋必通颗粒中苦地丁、益母草、绵萆藨鉴别试验研究[J]. 齐鲁药事, 2012, 31(8): 456-457.
- [13] 牛秀丽,张天鹏,石红,等. 壮腰健肾小蜜丸的质量标准研究[J]. 河北中医药学报, 2015, 30(2): 58-60.
- [14] 贾春伶,尚雅文,翟永松,等. 糖肾宁颗粒多息薄层鉴别研究[J]. 北京中医药, 2015, 34(11): 895-898.
- [15] 刘燕,王妮,尚立霞. 欣梦安神颗粒质量控制方法的建立[J]. 中国药师, 2016, 19(10): 1950-1954.
- [16] 王晓,黄南. 市售栀子药材的质量标准研究[J]. 中国药房, 2016, 27(27): 3857-3860.

(收稿日期:2017-10-13 修回日期:2018-04-23)

(编辑:张静)