

· 质量分析研究 ·

便可通片高效液相指纹图谱研究及多指标成分定量分析

万丹¹, 梁雪娟¹, 唐纯玉², 唐代凤², 王雄龙², 肖娟¹ (1. 湖南省中医药研究院, 湖南 长沙 410013; 2. 湖南时代阳光药业股份有限公司, 湖南 永州 425000)

摘要: **目的** 建立便可通片高效液相(HPLC)指纹图谱, 同时对其中的松果菊苷、柚皮苷、新橙皮苷、芦荟苷进行含量测定。**方法** 采用 InertSustain C₁₈(4.6 mm×250 mm, 5 μm)色谱柱, 以甲醇-0.1%冰醋酸水溶液为流动相进行梯度洗脱, 流速为 1 mL·min⁻¹; 柱温: 25 ℃; 检测波长: 300 nm; 进样量: 10 μL。**结果** HPLC 指纹图谱共确定 16 个共有峰, 并指出 5 个共有成分, 指纹图谱相似度均在 0.950 以上; 10 批样品中松果菊苷、柚皮苷、新橙皮苷、芦荟苷的平均含量分别为: 0.40%、1.61%、1.75%、1.63%。**结论** 该研究建立的方法简单、重复性好, 为提高便可通片的质量控制水平提供了依据。

关键词: 便可通片; 高效液相法; 指纹图谱; 含量测定

中图分类号: R284.1 文献标志码: A 文章编号: 1003-9783(2021)04-0540-06

doi: 10.19378/j.issn.1003-9783.2021.04.014

Study on HPLC Fingerprint and Multi-indicator Quantitative Analysis of *Bianketong* Tablets

WAN Dan¹, LIANG Xuejuan¹, TANG Chunyu², TANG Daifeng², WANG Xionglong², XIAO Juan¹ (1. Hunan Provincial Institute of Traditional Chinese Medicine, Changsha 410013 Hunan, China; 2. Hunan Times Sunshine Pharmaceutical Corp., Yongzhou 425000 Hunan, China)

Abstract: **Objective** To establish the HPLC fingerprint of *Bianketong* tablets (BKT), and to simultaneously determine the contents of four index components (Echinacoside, Naringin, neohesperidin, Aloin). **Methods** The HPLC analysis was performed on a column of InertSustain C₁₈ (250 mm × 4.6 mm, 5 μm) with a column temperature of 25 ℃. The mobile phase was consisted of methanol-0.1% glacial acetic acid with gradient elution at the flow rate of 1.0 mL·min⁻¹ and the detection wavelength was set at 300 nm, and the sample injection volume was 10 μL. **Results** The HPLC fingerprint for 10 batches of BKT were obtained, and 16 common peaks had been identified with the similarities of more than 0.95, and 5 common components were identified. The average contents of Echinacoside, Naringin, Neohesperetin and Aloin were 0.40%, 1.61%, 1.75% and 1.63%, respectively. **Conclusion** The method established in this study is simple and reproducible, and provides a basis for improving the quality control of the BKT.

Keywords: *Bianketong* tablet; HPLC; fingerprint; content determination

便可通片为治疗便秘的创新中药, 是湖南时代阳光药业股份有限公司具有知识产权的独家品种, 处方由生地黄、玄参、当归、桃仁、肉苁蓉、火麻

仁、决明子、枳实、芦荟 9 味中药组成, 是在全国名老中医刘炳凡老先生经验方基础上研制成的中药片剂, 具有养阴生津, 润肠通便的功效, 用于治疗

收稿日期: 2020-09-22

作者简介: 万丹, 女, 硕士, 助理研究员, 研究方向: 中药制剂。Email: 350232252@qq.com。通信作者: 肖娟, 女, 本科, 副研究员, 研究方向: 中药制剂。Email: 337000398@qq.com。

基金资助: 国家科技重大专项(民口)课题-重大新药创制(2018ZX09731-015); 湖南省自然科学基金项目(2020JJ9046)。

功能性便秘^[1-2]。临床研究^[3]表明,便可通片对治疗阴虚血瘀型功能性便秘具有较好的疗效,可明显改善患者临床症状,缩短排便间隔天数和每次排便时间,疗程短,停药后随访疗效较好,无明显不良反应。目前中成药标准普遍采用单一成分进行研究,难以全面表征处方的物质基础。便可通片质量标准(草案)中仅对方中的阿魏酸进行定量测定,标准较简单,且阿魏酸含量较低,难以全面控制产品质量。本课题组首次对不同批次便可通片进行高效液相(HPLC)指纹图谱研究,并对其中的主要有效成分松果菊苷、柚皮苷、新橙皮苷、芦荟苷进行定量测定。

1 仪器与材料

1.1 仪器 Dionex UltiMate 3000 系列高效液相色谱仪(美国 Thermo fisher 公司); Quintix224-1CN 电子分析天平[赛多利斯科学仪器(北京)有限公司]; KM-500DB 超声波清洗仪(功率 500 W, 频率 40 kHz, 昆山市美美超声仪器有限公司)。

1.2 材料 对照品芦荟苷(批号: 110787-201808, 92.4%)、新橙皮苷(批号: 111857-201804, 纯度: 99.4%)、柚皮苷(批号: 110722-201805, 纯度: 91.7%)、松果菊苷(批号: 111670-201907, 纯度: 91.8%)、芦荟大黄素(批号: 110795-201007, 纯度: 98%), 中国食品药品检定研究院; 甲醇为色谱纯, 美国天地公司; 水为超纯水; 其他试剂均为分析纯。

生地黄、玄参、当归、桃仁、肉苁蓉、火麻仁、决明子、枳实、芦荟饮片均由湖南时代阳光药业股份有限公司提供, 经湖南省中医药研究院生药室刘浩副研究员鉴定, 分别为玄参科植物生地 *Rehmannia glutinosa* Libosch. 的干燥块根、玄参科植物玄参 *Scrophularia ningpoensis* Hemsl. 的干燥根、伞形科植物当归 *Angelica sinensis* (Oliv.) Diels 的干燥根、蔷薇科植物桃 *Prunus persica* (L.) Batsch 的干燥成熟种子、列当科植物肉苁蓉 *Cistanche deserticola* Y. C. Ma 的干燥带鳞叶肉质茎、桑科植物大麻 *Cannabis sativa* L. 的干燥成熟果实、豆科植物决明 *Cassia obtusifolia* L. 的干燥成熟种子、芸香科植物酸橙 *Citrus aurantium* L. 的干燥幼果、百合科植物库拉索芦荟 *Aloe barbadensis* Miller 植物叶的汁液浓缩干燥物。

便可通片 10 批, 湖南时代阳光药业股份有限公司提供, 批号分别为: 20190601(S1)、20190602

(S2)、20190603(S3)、20191201(S4)、20191202(S5)、20191203(S6)、20191204(S7)、20200101(S8)、20200102(S9)、20200103(S10)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱: InertSustain C₁₈ (4.6 mm×250 mm, 5 μm), 流动相: 甲醇(A)-0.1%冰醋酸水溶液(B)梯度洗脱(0~10 min: 20%~40% A; 10~20 min: 40% A; 20~30 min: 40%~42% A; 30~50 min: 42%~47% A; 50~80 min: 47%~60% A; 80~90 min: 60%~90% A; 90~100 min: 90% A)。检测波长: 300 nm; 流速: 1 mL·min⁻¹; 柱温: 25 ℃; 进样量: 10 μL; 理论塔板数以芦荟苷计不低于 5 000。

2.2 溶液的制备

2.2.1 对照品溶液的制备 精密称取芦荟苷、柚皮苷、新橙皮苷、松果菊苷、芦荟大黄素对照品适量, 芦荟苷用流动相甲醇-0.1%冰醋酸水溶液(39:61)溶解并定容, 配成含芦荟苷质量浓度为 0.923 5 mg·mL⁻¹ 的对照品溶液, 其余对照品用甲醇溶解并定容, 配成柚皮苷质量浓度为 0.756 1 mg·mL⁻¹、新橙皮苷质量浓度为 0.751 0 mg·mL⁻¹、松果菊苷质量浓度为 0.519 6 mg·mL⁻¹、芦荟大黄素 0.548 8 mg·mL⁻¹ 的对照品溶液。

2.2.2 供试品溶液的制备 取本品适量, 除去包衣, 研细, 取约 1 g, 精密称定, 置 50 mL 棕色量瓶中, 加甲醇适量, 超声处理(功率 500 W, 频率 40 kHz, 温度低于 25 ℃)20 min; 放冷, 加甲醇稀释至刻度线, 摇匀, 滤过, 取续滤液过 0.45 μm 微孔滤膜, 即得。

2.3 方法学考察

2.3.1 精密度试验 精密吸取同一便可通片(S1)供试品溶液 10 μL, 按“2.1”项下色谱条件, 连续进样测定 6 次, 记录其色谱图。以 9 号峰(芦荟苷)为参照峰, 计算 16 个共有峰的相对保留时间和相对峰面积。结果各共有峰的相对保留时间和相对峰面积的 RSD 分别为 0.01%~0.07% 和 0.91%~9.38%, 其中, 芦荟苷、柚皮苷、新橙皮苷和松果菊苷峰面积 RSD 分别为 2.16%、1.16%、1.15% 和 2.86%, 表明仪器精密度良好, 符合指纹图谱的要求。

2.3.2 重复性试验 取便可通片(S1)6 份, 精密称定, 按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液, 按“2.1”项下色谱条件依次进样, 记录色谱图。以 9 号峰(芦荟苷)为参照峰, 计算 16 个共有峰的相对保留

时间和相对峰面积。结果各共有峰的相对保留时间和相对峰面积的 RSD 分别为 0.01% ~ 0.14% 和 1.16% ~ 9.81%。芦荟苷、柚皮苷、新橙皮苷和松果菊苷峰面积 RSD 分别为 0.88%、1.83%、2.10% 和 1.50%。结果表明该方法重复性好。

2.3.3 稳定性试验 精密吸取同一便可通片(S1)供试品溶液 10 μ L, 按“2.1”项下色谱条件, 分别于 0、4、8、12、16、24 h 进行测定, 记录色谱图。以 9 号峰(芦荟苷)为参照峰, 计算 16 个共有峰的相对保留时间和相对峰面积。结果各共有峰的相对保留时间和相对峰面积的 RSD 分别为 0.02% ~ 0.27% 和 1.49% ~ 8.14%。芦荟苷、柚皮苷、新橙皮苷和松果菊

苷峰面积 RSD 分别为 3.87%、2.50%、2.40% 和 3.97%。结果表明供试品溶液于 24 h 内测定结果稳定。

2.4 指纹图谱研究^[6-8]

2.4.1 便可通片指纹图谱的建立 取 10 批次便可通片样品(S1~S10), 精密称定, 按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液, 按“2.1”项下色谱条件依次进样, 记录色谱图。采用国家药典委员会“中药色谱指纹图谱相似度评价系统”(2004A 版)进行数据分析处理, 设定 S1 为参照图谱, 其他样品的色谱峰与参照图谱进行自动匹配, 生成便可通片指纹图谱, 见图 1。以峰 9 为参照峰(S), 计算各共有峰的相对保留时间和相对峰面积, 见表 1、2。

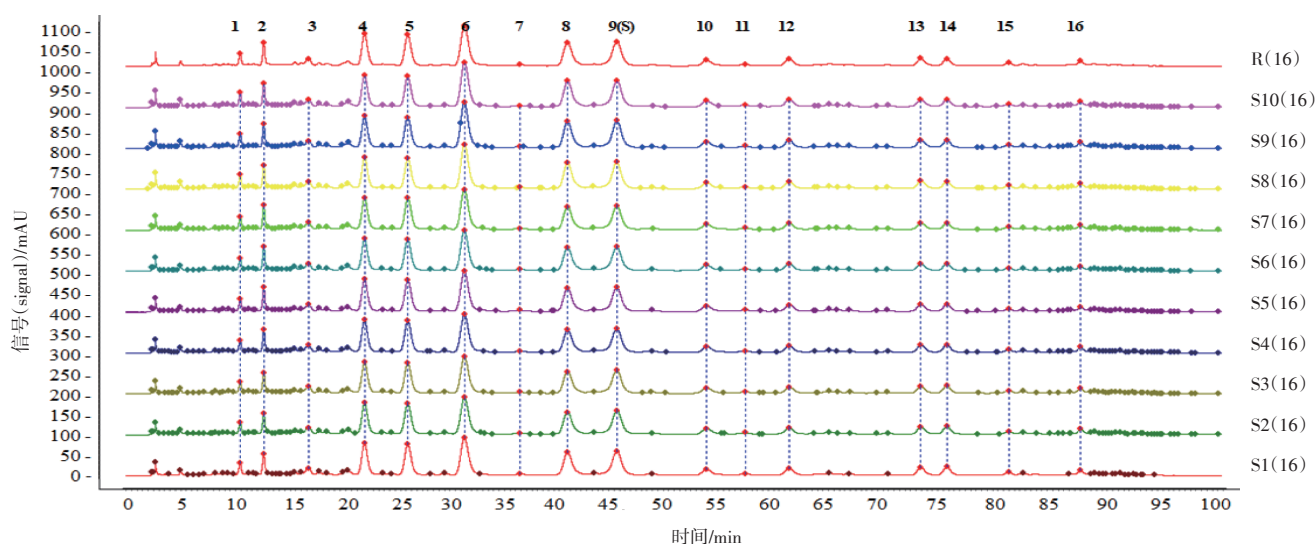


图 1 10 批便可通片高效液相(HPLC)指纹图谱

Figure 1 HPLC fingerprints of 10 batches of BKT

表 1 10 批便可通片指纹图谱共有峰的相对保留时间

Table 1 Relative retention time of common peaks in 10 batches of BKT

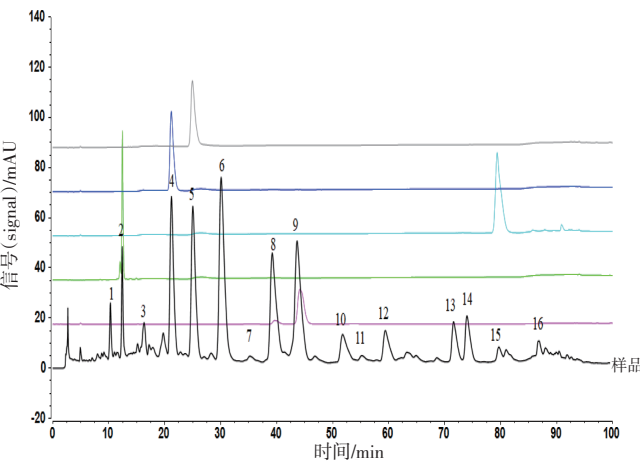
峰号	S1	S2	S3	S4	S5	S6	S7	S8	S9	S10	平均值	RSD/%
1	0.232 4	0.232 3	0.232 2	0.232 6	0.232 6	0.232 5	0.232 8	0.232 8	0.232 9	0.232 8	0.232 6	0.09
2	0.280 9	0.280 8	0.280 7	0.281 1	0.280 9	0.280 8	0.281 0	0.281 1	0.281 2	0.281 2	0.281 0	0.07
3	0.372 0	0.371 7	0.371 9	0.372 2	0.372 3	0.372 1	0.372 6	0.372 5	0.372 3	0.372 5	0.372 2	0.08
4	0.485 9	0.485 8	0.485 8	0.486 3	0.485 8	0.485 9	0.486 2	0.485 8	0.486 0	0.486 1	0.486 0	0.04
5	0.573 8	0.574 1	0.574 0	0.574 3	0.573 8	0.574 2	0.574 2	0.573 9	0.574 6	0.574 3	0.574 1	0.05
6	0.689 1	0.689 2	0.689 0	0.689 6	0.689 5	0.689 5	0.690 0	0.689 1	0.689 8	0.689 5	0.689 4	0.05
7	0.802 7	0.803 2	0.802 2	0.802 7	0.803 7	0.803 3	0.804 1	0.803 4	0.804 9	0.803 9	0.803 4	0.10
8	0.899 6	0.900 0	0.899 6	0.899 6	0.899 7	0.899 5	0.899 8	0.899 1	0.899 6	0.899 5	0.899 6	0.03
9	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	0.00
10	1.183 0	1.183 2	1.182 7	1.182 0	1.183 5	1.183 0	1.183 0	1.183 1	1.184 0	1.184 2	1.183 2	0.05
11	1.261 2	1.261 8	1.260 7	1.260 5	1.261 3	1.261 2	1.260 7	1.261 2	1.262 1	1.262 2	1.261 3	0.05
12	1.351 8	1.352 1	1.350 3	1.350 6	1.350 8	1.351 0	1.351 2	1.351 8	1.352 8	1.352 7	1.351 5	0.06
13	1.620 3	1.619 6	1.618 1	1.618 8	1.619 4	1.619 2	1.619 6	1.620 9	1.621 8	1.621 9	1.620 0	0.08
14	1.673 2	1.673 0	1.671 2	1.671 9	1.672 4	1.672 0	1.672 3	1.674 2	1.674 6	1.674 7	1.673 0	0.07
15	1.798 6	1.797 9	1.795 8	1.797 1	1.798 3	1.798 2	1.798 7	1.800 5	1.801 6	1.801 3	1.798 8	0.10
16	1.945 6	1.944 4	1.941 5	1.944 3	1.943 7	1.944 0	1.944 9	1.947 0	1.948 1	1.947 7	1.945 1	0.10

表 2 10 批便可通片指纹图谱共有峰的相对峰面积

Table 2 Relative peak areas of common peaks in 10 batches of BKT

峰号	S1	S2	S3	S4	S5	S6	S7	S8	S9	S10	平均值	RSD/%
1	0.121 4	0.122 0	0.117 6	0.121 7	0.124 8	0.124 8	0.126 5	0.147 8	0.149 7	0.124 8	0.128 1	8.72
2	0.204 2	0.210 8	0.203 9	0.210 0	0.226 1	0.226 7	0.230 3	0.219 3	0.219 4	0.198 0	0.214 9	5.16
3	0.142 4	0.150 6	0.159 8	0.151 6	0.148 8	0.149 7	0.152 3	0.162 0	0.162 0	0.130 8	0.151 0	6.28
4	0.748 7	0.781 1	0.751 2	0.779 4	0.772 4	0.776 3	0.785 4	0.719 1	0.719 3	0.680 4	0.751 3	4.65
5	0.817 8	0.858 2	0.827 8	0.855 5	0.842 4	0.846 8	0.857 5	0.767 7	0.769 1	0.722 4	0.816 5	5.79
6	1.173 9	1.229 4	1.199 5	1.223 5	1.299 7	1.306 9	1.320 0	1.317 3	1.116 7	1.288 7	1.247 6	5.59
7	0.042 7	0.047 6	0.043 5	0.054 5	0.053 7	0.052 4	0.056 0	0.049 7	0.054 9	0.039 1	0.049 4	12.01
8	0.838 9	0.844 0	0.834 7	0.837 4	0.858 9	0.862 7	0.861 1	0.868 3	0.869 2	0.860 2	0.853 5	1.56
9	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	0.00
10	0.226 5	0.229 2	0.221 8	0.234 0	0.234 5	0.234 6	0.233 9	0.226 6	0.227 1	0.225 4	0.229 3	2.01
11	0.044 4	0.059 0	0.059 4	0.059 8	0.059 1	0.061 3	0.061 3	0.059 7	0.059 9	0.052 4	0.057 6	9.16
12	0.219 9	0.247 0	0.239 0	0.238 0	0.240 0	0.238 4	0.237 3	0.232 4	0.232 5	0.211 9	0.233 6	4.43
13	0.242 4	0.249 6	0.243 6	0.242 4	0.238 5	0.234 1	0.231 3	0.232 6	0.232 0	0.233 5	0.238 0	2.62
14	0.255 5	0.265 8	0.253 3	0.244 3	0.228 7	0.227 7	0.224 2	0.219 0	0.221 1	0.215 2	0.235 5	7.54
15	0.062 1	0.087 1	0.085 4	0.085 7	0.085 9	0.085 0	0.085 7	0.086 0	0.086 3	0.086 8	0.083 6	9.05
16	0.111 0	0.132 7	0.210 3	0.136 0	0.122 7	0.126 0	0.130 3	0.134 7	0.134 0	0.137 8	0.137 5	19.46

2.4.2 共有峰的确定 根据 10 批便可通片的指纹图谱检测结果,共标出 16 个共有峰,样品峰经与对照品比较分析,指出 5 个共有成分,其中 2 号峰为松果菊苷,4 号峰为柚皮苷,5 号峰为新橙皮苷,9 号峰为芦荟苷,15 号峰为芦荟大黄素,见图 2。9 号峰分离度较好,峰面积也比较稳定,故选择此峰作为参照峰。



注: 2. 松果菊苷; 4. 柚皮苷; 5. 新橙皮苷; 9. 芦荟苷; 15. 芦荟大黄素
图 2 便可通片指纹图谱和对照品的图谱
Figure 2 HPLC fingerprints of BKT and reference substance

2.4.3 指纹图谱相似度评价 将 10 批样品指纹图谱与对照指纹图谱分别导入“中药色谱指纹图谱相似度评价系统”(2004A 版)软件进行相似度评价。结果 10 批便可通片相似度在 0.971~0.999 之间,表明相似度良好,结果见表 3。

表 3 10 批便可通片的相似度

Table 3 Results of similarities of 10 batches of BKT

编号	相似度	编号	相似度
S1	0.985	S6	0.999
S2	0.991	S7	0.999
S3	0.988	S8	0.976
S4	0.982	S9	0.971
S5	0.995	S10	0.987

2.4.4 共有峰的来源确认 分别取便可通组方中的各单味药材适量,精密称定,按“2.2.2”项下方法制备药材样品溶液。分别精密吸取供试品溶液和各单味药材样品溶液各 10 μ L 进样,注入高效液相色谱仪,记录 100 min 色谱图。对保留时间保持一致的色谱峰进行分析比较,根据紫外光谱信息,对全方与药材指纹图谱的相关峰进行指认,确认共有峰的药材归属,见图 3。

确认了便可通片 HPLC 指纹图谱中 16 个特征峰的来源,其中 2、3 号峰来自肉苁蓉,3 号峰来自生地,3 号峰来自玄参,4、5、7 号峰来自枳实,1、6、8、9、10、11、12、13、14、15、16 号峰来自芦荟,16 号峰来自当归,16 号峰来自决明子。火麻仁^[9-10]、桃仁^[11-12]成分多为末端吸收,在该色谱条件下基本无响应,故在样品中未进行共有峰标记。

2.5 指标成分的含量测定

2.5.1 线性关系考察 精密吸取“2.2.1”项下制备的对照品溶液适量,分别加入流动相(或甲醇)稀释成系列质量浓度的对照品溶液进行测定,进样 10 μ L,

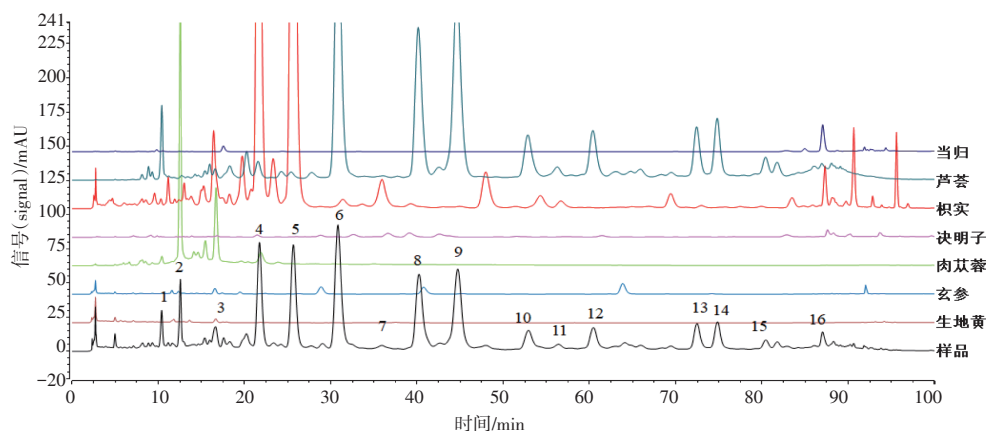


图3 便可通片指纹图谱和原药材的图谱

Figure 3 HPLC fingerprints of BKT and raw medicinal materials

测定其峰面积,以质量浓度(X)为横坐标,峰面积(Y)为纵坐标绘制标准曲线,进行线性回归,得回归方程。结果见表4。

表4 便可通片4种成分的线性关系

Table 4 Linear relationships of four components

成分	回归方程	r	线性范围/($\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)
芦荟苷	$Y=0.2007X+0.0187$	0.9999	46.18~923.54
柚皮苷	$Y=0.1513X+0.3505$	1.0000	37.80~756.07
新橙皮苷	$Y=0.1501X+1.3668$	0.9999	37.55~750.70
松果菊苷	$Y=0.1866X-0.2159$	0.9997	25.98~519.59

2.5.2 加样回收率试验 精密称量已知芦荟苷、柚皮苷、新橙皮苷、松果菊苷含量的样品(S1)0.5 g,共6份;分别精密加入芦荟苷对照品8.1 mg,柚皮苷对照品7.9 mg,新橙皮苷对照品8.6 mg,松果菊苷对照品溶液($0.5196\text{ mg}\cdot\text{mL}^{-1}$)3.5 mL,即1.8 mg;置50 mL棕色量瓶中,按照“2.2.2”项下操作,即得。按“2.1”项下色谱条件进行分析,结果芦荟苷、柚皮苷、新橙皮苷、松果菊苷的平均加样回收率分别为101.62%、99.52%、102.05%和98.35%,RSD分别为2.01%、1.95%、2.21%和2.84%,表明本方法对各成分的加样回收率符合要求。

2.5.3 样品含量测定 取10批便可通片样品适量,精密称定,按“2.2.2”项下制备供试品溶液,按“2.1”项下色谱条件进行分析。结果见表5。

3 讨论

本研究考察了便可通片不同提取方式(超声提取、加热回流提取),不同提取溶剂(乙醇、水、甲醇、50%甲醇)的提取效果,结果表明以甲醇超声提取效果最佳。

本研究采用DAD检测器全波长扫描的方式,参

表5 便可通片样品含量测定结果(%; $n=2$)Table 5 Results of content determination(%; $n=2$)

批号	松果菊苷	柚皮苷	新橙皮苷	芦荟苷
S1	0.37	1.57	1.72	1.60
S2	0.38	1.60	1.75	1.55
S3	0.37	1.55	1.70	1.56
S4	0.39	1.65	1.81	1.61
S5	0.42	1.63	1.78	1.60
S6	0.41	1.62	1.76	1.58
S7	0.41	1.61	1.76	1.56
S8	0.44	1.66	1.77	1.76
S9	0.45	1.69	1.80	1.78
S10	0.39	1.56	1.65	1.74
RSD	6.57	2.82	2.76	5.48

考处方各单味药材有效成分的检测波长,提取出200、220、235、260、280、300 nm等波长下的图谱进行比较,结果发现在300 nm下,样品色谱图呈现的色谱峰数目多,且响应值较高。同时考察了甲醇-水、乙腈-水、甲醇-0.1%冰醋酸水、甲醇-0.2%冰醋酸水4种流动相系统,发现采用甲醇-0.1%冰醋酸水流动相系统,参照峰(芦荟苷)峰型较好,分离度、对称因子和理论塔板数均较好。

本研究对便可通片全方与药材指纹图谱的相关峰进行指认,确认了5个峰的物质成分,主要来自肉苁蓉、枳实、芦荟。肉苁蓉中发挥改善肠胃功能的药效物质基础为苯乙醇苷类化合物,其中松果菊苷能缓解便秘和便血,促进受损肠道肌层表皮细胞的增殖和减少炎症浸润^[13]。枳实中柚皮苷、新橙皮苷等黄酮类成分,可改善功能性消化不良大鼠的胃排空和小肠推进^[14-15];芦荟含有芦荟苷等蒽醌成分,具有泻下通便的功效^[16],故本研究选择松果菊苷、柚皮苷、新橙皮苷、芦荟苷4种成分进行定量测定。含

量测定结果表明, 便可通片 10 批样品中松果菊苷、芦荟苷含量变化较大。本研究发现, 芦荟苷对照品(甲醇溶解)放置较长时间后会降解成 2 个峰, 分别对应样品中 8、9 号峰。亦有文献^[17-18]报道芦荟苷大部分是芦荟苷 A 和芦荟苷 B 两个光学异构体的混合体, 其对照品峰面积的改变直接影响样品中芦荟苷含量的计算。故本实验对芦荟苷对照品的配置进行研究, 分别用甲醇、流动相溶解, 考察 0、2、4、6 h 芦荟苷降解率。结果表明, 芦荟苷在流动相混合溶液中较甲醇溶液中更为稳定。因此, 选择芦荟苷作为质控指标尤为重要。

本研究建立了 10 批便可通片的指纹图谱, 采用指纹图谱软件共标定出 16 个共有峰, 相似度均大于 0.95, 说明所建立的指纹图谱具有较好的可控性, 可为便可通片的质量评价提供依据。方法学试验表明该色谱方法可同时定量分析芦荟苷、柚皮苷、新橙皮苷、松果菊苷的含量。采用上述建立的 HPLC 指纹图谱方法, 可同时对便可通片药材、饮片与成品进行指纹图谱检测和有效成分含量测定, 实现终端质控向生产过程质量控制过渡, 以提升产品质量, 稳定产品品质, 为便可通片的上市生产奠定了基础。

参考文献:

- [1] 刘银云. 功能性便秘的证型分布规律及其相关因素研究[D]. 南京: 南京中医药大学, 2012.
- [2] 沈庆法, 沈峥嵘. 功能性便秘[J]. 中国临床医生杂志, 2009, 37(3): 69-72.
- [3] 蔡光先, 周兵, 喻正科, 等. 便可通治疗阴虚血瘀型功能性便秘的临床研究[J]. 湖南中医学院学报, 2004, 24(3): 26-28, 31.
- [4] 刘东方, 赵丽娜, 李银峰, 等. 中药指纹图谱技术的研究进展及应用[J]. 中草药, 2016, 47(22): 4085-4094.
- [5] 姚令文, 刘燕, 郑笑为, 等. 指纹图谱、特征图谱技术在中药材和中药中的应用[J]. 中国新药杂志, 2018, 27(8): 934-939.
- [6] 胡彩云, 刘紫薇, 黄圆圆, 等. 儿宝颗粒HPLC指纹图谱研究[J]. 中药新药与临床药理, 2020, 31(2): 213-218.
- [7] 何艳, 胡小祥, 曾卫阳, 等. 裸花紫珠分散片高效液相色谱指纹图谱研究及多指标成分定量分析[J]. 中药新药与临床药理, 2020, 31(8): 969-974.
- [8] 高尚, 陈秧, 彭彩云, 等. 止血调经颗粒HPLC指纹图谱研究及其主成分定量测定[J]. 中草药, 2019, 50(15): 3642-3647.
- [9] 郭莹. 中药火麻仁及炮制品质量标准研究[D]. 沈阳: 辽宁中医药大学, 2011.
- [10] 陈锦霞, 曾杉, 林碧珊, 等. 火麻仁标准汤剂的UPLC指纹图谱研究[J]. 中国现代中药, 2020, 22(12): 2063-2067.
- [11] 张晓男, 魏惠珍, 吕尚, 等. 多指标综合评分法优化桃仁“燂”炮制工艺[J]. 中华中医药杂志, 2020, 35(1): 403-407.
- [12] 李晓松. 桃仁的质量标准研究[D]. 石家庄: 河北医科大学, 2010.
- [13] 郭玉海, 贾亚敏, 杜才干, 等. 松果菊苷在制备治疗炎症性肠病药物中的应用: CN102283855A[P]. 2011-12-21.
- [14] 黄爱华, 迟玉广, 曾元儿, 等. 枳实黄酮对功能性消化不良大鼠胃肠动力的影响[J]. 中药新药与临床药理, 2012, 23(6): 612-615.
- [15] 高喜梅, 池玉梅, 张雯, 等. 指纹图谱结合一测多评法评价酸橙枳实质量的研究[J]. 中草药, 2020, 51(9): 2548-2556.
- [16] 徐莲, 符旭东, 熊蕊, 等. 芦荟的药理作用及其临床应用研究进展[J]. 中国药房, 2016, 27(10): 1418-1421.
- [17] 王建荣, 林诗瑶. HPLC法测定中药制剂芦荟散中芦荟苷的含量[J]. 中国医药科学, 2020, 10(11): 34-36.
- [18] 吴旭. HPLC-MS/MS法测定新复方芦荟胶囊中芦荟苷的含量[J]. 中国药物评价, 2018, 35(5): 336-338.

(编辑: 梁进权)