

- activity in non-small cell lung cancer cells with T790M mutations by upregulating FoxO1 via CCAT1[J]. *Oncol Rep*, 2020, 43(2): 617-624.
- [14] Tao L, Wang S, Zhao Y, et al. Effect of danshensu on redox state and relevant nuclear transcription factors in non-small cell lung cancer A549 cells[J]. *China J Chin Mater Med*, 2012, 37(9): 1265-1268.
- [15] Min J, Shen H, Xi W, et al. Synergistic anticancer activity of combined use of caffeic acid with paclitaxel enhances apoptosis of non-small-cell lung cancer H1299 cells *in vivo* and *in vitro*[J]. *Cell Physiol Biochem*, 2018, 48(4): 1433-1442.
- [16] 罗思妮, 彭致铖, 范倩, 等. 经典名方小承气汤中化学成分的 UPLC-Q-Orbitrap-MS 分析[J]. 中国实验方剂学杂志, 2021, 27(23): 1-10.
- [17] 杨柯楠, 关永霞, 范建伟, 等. 基于 UPLC-Q-Exactive Orbitrap-MS 和网络药理学的川蛭通络胶囊化学成分及作用机制研究[J]. 中国中药杂志, 2023, 48(19): 5216-5234.
- [18] 李浩然, 董萍萍, 李华健, 等. 基于 UHPLC-Q-Exactive Orbitrap MS/MS 快速分析开心散物质基准中的化学成
- 分[J]. 中国中药杂志, 2022, 47(4): 938-950.
- [19] Ji H C, Xu Y M, Lu H M, et al. Deep MS/MS-aided structural-similarity scoring for unknown metabolite identification[J]. *Anal Chem*, 2019, 91(9): 5629-5637.
- [20] Tang Y, Chen X, Wang D M, et al. Discover and identify unknown alkylation DNA adducts induced by sulfonates using prediction driven-MRM-profiling strategy[J]. *Talanta*, 2021, 222: 121500.
- [21] 张建伟, 刘伟, 沈沁, 等. 基于 UPLC-Q-Orbitrap-MS 的鹿角方化学成分及组织分布分析[J]. 中国实验方剂学杂志, 2024, 30(8): 148-156.
- [22] 张浩杰, 李焕茹, 冯志毅, 等. 女贞子与酒女贞子 HPLC 指纹图谱对比研究[J]. 中国中药杂志, 2020, 45(16): 3871-3876.
- [23] Zhang D J, Sun L L, Mao B B, et al. Analysis of chemical variations between raw and wine-processed *Ligustri Lucidi Fructus* by ultra-high-performance liquid chromatography-Q-Exactive Orbitrap/MS combined with multivariate statistical analysis approach[J]. *Biomed Chromatogr*, 2021, 35(4): e5025.

基于 TLC、HPLC 指纹图谱和含量测定控制金钱石苇合剂质量

姚萍¹, 熊家林², 李坤伟¹, 金月月¹, 邱明丰^{1*}, 杨建勇^{2*}

(1. 上海交通大学药学院, 上海 200240; 2. 红河哈尼族彝族自治州中医医院, 云南 建水 654300)

摘要: 目的 控制金钱石苇合剂质量。方法 TLC 法定性鉴别金钱草、蒲公英、紫花地丁、茯苓、地黄, 建立 HPLC 指纹图谱, HPLC 法测定秦皮乙素、菊苣酸、毛蕊花糖苷、木通苯乙醇苷 B、槲皮素、山柰酚的含量。结果 TLC 斑点清晰, 阴性无干扰。15 批指纹图谱中有 9 个共有峰, 指认出 6 个, 相似度 0.961~0.998。6 种成分在各自范围内线性关系良好 ($r \geq 0.9993$), 平均加样回收率 98.30%~98.89%, RSD 0.19%~0.70%。结论 该方法稳定可靠, 可为金钱石苇合剂质量评价及后续相关制剂研发提供参考依据。

关键词: 金钱石苇合剂; 质量控制; TLC; HPLC 指纹图谱; 含量测定

中图分类号: R283.6

文献标志码: A

文章编号: 1001-1528(2026)01-0017-07

doi:10.3969/j.issn.1001-1528.2026.01.003

Quality control of Jinqian Shiwei Mixture based on TLC, HPLC fingerprints and content determination

YAO Ping¹, XIONG Jia-lin², LI Kun-wei¹, JIN Yue-yue¹, QIU Ming-feng^{1*}, YANG Jian-yong^{2*}

(1. School of Pharmaceutical Science, Shanghai Jiao Tong University, Shanghai 200240, China; 2. Honghe Hani and Yi Autonomous Prefectural Hospital of Traditional Chinese Medicine, Jianshui 654300, China)

KEY WORDS: Jinqian Shiwei Mixture; quality control; TLC; HPLC fingerprints; content determination

收稿日期: 2025-09-09

基金项目: 云南省科技人才与平台计划邱明丰专家工作站 (202305AF150141); 上海市科学技术委员会项目 (20S21900100, 22S21902100)

作者简介: 姚萍 (1989—), 女, 硕士在读, 从事中药、民族药新制剂研究。E-mail: yaoping41@hotmail.com

* 通信作者: 邱明丰 (1970—), 男, 博士, 研究员, 从事中药和民族药新剂型、新制剂研究

杨建勇 (1979—), 男, 副主任医师, 从事中医药临床工作。E-mail: 2236039643@qq.com

金钱石韦合剂是云南省红河哈尼族彝族自治州中医医院应用二十余年的院内制剂 [批准文号滇药制字 (Z) 20082317G] , 由金钱草、蒲公英、紫花地丁、茯苓、海金沙、石韦、木通、泽泻、牛膝、地黄、三棱 11 味中药组成, 方中金钱草、蒲公英、紫花地丁和茯苓为君药, 海金沙、石韦、木通和泽泻为臣药, 牛膝、地黄和三棱为佐药, 功效清热利湿、利尿通淋, 用于治疗湿热蕴结所致的尿频、尿急、尿痛、尿血及泌尿系统结石见上述证候者, 临床效果良好, 安全性较高。金钱草、海金沙、石韦、木通、泽泻、茯苓常出现于治疗尿路系统结石的中药处方中, 具有促进胆汁分泌、利尿、排石、溶石等效果, 而蒲公英、紫花地丁、牛膝、地黄、三棱具有抑菌、抗炎、提高免疫力的作用^[1-11]。

目前, 金钱石韦合剂质量标准不够全面, 仅涉及性状、定性鉴别 (蒲公英)、pH 值、相对密度、微生物限度。为了有效控制金钱石韦合剂质量, 本实验采用 TLC 法对金钱草、蒲公英、紫花地丁、茯苓和地黄进行定性鉴别, 建立 HPLC 指纹图谱, 测定秦皮乙素、菊苣酸、毛蕊花糖苷、木通苯乙醇苷 B、槲皮素、山柰酚的含量, 以期为其临床用药的安全性和有效性提供参考依据。

1 材料

1.1 仪器 Linomat 5 型自动点样仪 (瑞士卡玛公司); LC-20A 型高效液相色谱仪 (日本岛津公司); MSA6.6S-CE 型、ME204/02 型电子天平 (德国赛多利斯公司)。

1.2 试剂、药材与药物 金钱草、蒲公英、紫花地丁、茯苓、地黄对照药材 (批号 121187-202104、121195-202004、121429-202106、121117-201910、121180-202107) 及秦皮乙素 (批号 110741-202310, 纯度 98.3%)、菊苣酸 (批号 111752-202105, 纯度 98.3%)、毛蕊花糖苷 (批号 111530-202315, 纯度 97.6%)、木通苯乙醇苷 B (111910-202305, 纯度 96.9%)、槲皮素 (批号 100081-201610, 纯度 99.8%)、山柰酚 (批号 110861-202214, 纯度 97.4%) 对照品均购自中国食品药品检定研究院。金钱石韦合剂共 15 批, 均由医院自制, 具体见表 1。甲醇为色谱纯; 其他试剂均为分析纯; 水为超纯水。

2 方法与结果

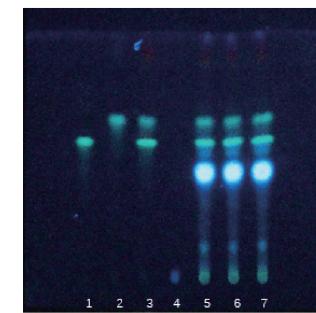
2.1 TLC 定性鉴别

2.1.1 金钱草 取本品 50 mL, 乙酸乙酯提取

表 1 金钱石韦合剂信息
Tab. 1 Information of Jinjian Shiwei Mixture

编号	批号	编号	批号
Y1	230726	Y9	240215
Y2	230912	Y10	240228
Y3	231031	Y11	240305
Y4	231213	Y12	240312
Y5	231225	Y13	240320
Y6	240112	Y14	240413
Y7	240127	Y15	240425
Y8	240208		

2 次, 每次 30 mL, 合并乙酸乙酯液, 蒸干, 残渣加 2 mL 甲醇溶解, 作为供试品溶液; 取金钱草对照药材 2 g, 加 30 mL 甲醇, 加热回流提取 1 h, 过滤, 蒸干, 残渣加 30 mL 水溶解, 按供试品溶液制备方法制成对照药材溶液; 取槲皮素、山柰酚对照品适量, 加甲醇制成每 1 mL 含两者各 0.5 mg 的对照品溶液; 取除金钱草以外的其他药材适量, 根据处方和工艺制成阴性样品, 按供试品溶液制备方法制成阴性样品溶液。吸取上述溶液各 5~10 μ L, 点于同一硅胶 G 板上, 以甲苯-三氯甲烷-丙酮-冰醋酸 (8:5:5:1) 为展开剂^[12], 喷以 3% 三氯化铝乙醇溶液, 加热数分钟后在 365 nm 紫外光灯下检视, 结果见图 1。由此可知, 在对照品、对照药材相应位置上供试品显示相同颜色的荧光斑点, 阴性无干扰。



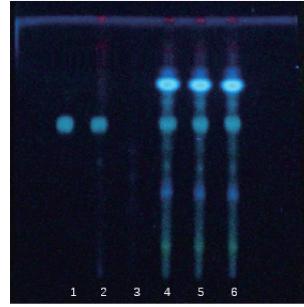
注: 1 为槲皮素对照品, 2 为山柰酚对照品, 3 为金钱草对照药材, 4 为缺金钱草阴性样品, 5~7 为供试品 (批号 230726、230912、231031)。

图 1 金钱草 TLC 色谱图

Fig. 1 TLC chromatogram of *Lysimachia Herba*

2.1.2 蒲公英 取“2.1.1”项下供试品溶液适量; 取蒲公英对照药材 2 g, 按供试品溶液制备方法制成对照药材溶液; 取菊苣酸对照品适量, 加甲醇制成每 1 mL 含 0.2 mg 该成分的对照品溶液; 取除蒲公英以外的其他药材适量, 根据处方和工艺制成阴性样品, 按供试品溶液制备方法制成阴性样品溶液。参照 2020 年版《中国药典》四部通则

0502, 吸取上述溶液各 5~10 μ L, 点于同一硅胶 G 板上, 以二氯甲烷-甲醇-水 (9:1:0.5) 为展开剂, 喷以 1% 三氯化铝乙醇溶液, 在 365 nm 紫外光灯下检视^[13], 结果见图 2。由此可知, 在对照品、对照药材相应位置上供试品显示相同颜色的荧光斑点, 阴性无干扰。

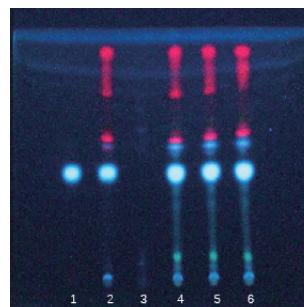


注: 1 为菊苣酸对照品, 2 为蒲公英对照药材, 3 为缺蒲公英阴性样品, 4~6 为供试品 (批号 230726、230912、231031)。

图 2 蒲公英 TLC 色谱图

Fig. 2 TLC chromatogram of *Taraxaci Herba*

2.1.3 紫花地丁 取“2.1.1”项下供试品溶液适量; 取紫花地丁对照药材 3 g, 按供试品溶液制备方法制成对照药材溶液; 取秦皮乙素对照品适量, 甲醇制成每 1 mL 含 0.1 mg 该成分的对照品溶液; 取除紫花地丁以外的其他药材适量, 根据处方和工艺制成阴性样品, 按供试品溶液制备方法制成阴性样品溶液。吸取上述溶液各 5~10 μ L, 点于同一硅胶 G 板上, 以甲苯-乙酸乙酯-甲酸 (5:3:1) 的上层溶液为展开剂^[14], 在 365 nm 紫外光灯下检视, 结果见图 3。由此可知, 在对照品、对照药材相应位置上供试品显示相同颜色的荧光斑点, 阴性无干扰。



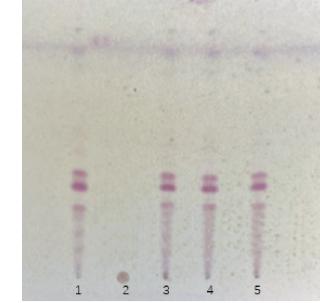
注: 1 为秦皮乙素对照品, 2 为紫花地丁对照药材, 3 为缺紫花地丁阴性样品, 4~6 为供试品 (批号 230726、230912、231031)。

图 3 紫花地丁 TLC 色谱图

Fig. 3 TLC chromatogram of *Violae Herba*

2.1.4 茯苓 取本品 50 mL, 乙醚提取 2 次, 每次 40 mL, 合并提取液, 挥干约至 2 mL, 作为供试

品溶液; 取茯苓对照药材 2 g, 加 30 mL 乙醚超声处理 30 min, 过滤, 挥干至约 2 mL, 作为对照药材溶液; 取除茯苓以外的其他药材适量, 根据处方和工艺制成阴性样品, 按供试品溶液制备方法制成阴性样品溶液。吸取上述溶液各 5~10 μ L, 点于同一硅胶 G 板上, 以石油醚 (30~60 °C) -乙酸乙酯-丙酮 (8:0.2:2) 为展开剂, 喷以 2% 香草醛硫酸溶液-乙醇 (4:1) 混合溶液, 加热至斑点清晰^[15], 结果见图 4。由此可知, 在对照药材相应位置上供试品显示相同形状的褐色斑点, 阴性无干扰。



注: 1 为茯苓对照药材, 2 为缺茯苓阴性样品, 3~5 为供试品 (批号 230726、230912、231031)。

图 4 茯苓 TLC 色谱图

Fig. 4 TLC chromatogram of *Poria*

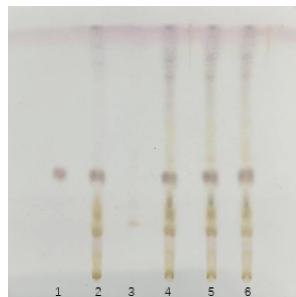
2.1.5 地黄 取“2.1.1”项下供试品溶液适量; 取地黄对照药材 2 g, 按供试品溶液制备方法制成对照药材溶液; 取毛蕊花糖苷对照品适量, 加甲醇制成每 1 mL 含 1 mg 该成分的对照品溶液; 取除地黄以外的其他药材适量, 根据处方和工艺制成阴性样品, 按供试品溶液制备方法制成阴性样品溶液。吸取上述溶液 5~10 μ L, 分别点于同一硅胶 G 板上, 以三氯甲烷-甲醇-甲酸-水 (9:5:0.5:1) 为展开剂, 喷以 10% 硫酸乙醇试液, 加热至斑点清晰^[16], 结果见图 5。由此可知, 在对照品、对照药材相应位置上供试品显示相同形状的褐色斑点, 阴性无干扰。

2.2 HPLC 指纹图谱建立

2.2.1 色谱条件 Agilent ZORBAX SB-C₁₈ 色谱柱 (4.6 mm×250 mm, 5 μ m), 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 流动相甲醇 (A) -0.1% 磷酸 (B), 梯度洗脱, 程序^[17]见表 2; 体积流量 1.0 mL/min; 柱温 35 °C; 检测波长 280 nm。

2.2.2 溶液制备

2.2.2.1 对照品溶液 分别精密称取对照品秦皮乙素 19.812 mg、菊苣酸 26.611 mg、毛蕊花糖苷 14.680 mg、木通苯乙醇苷 B 17.704 mg、槲皮素



注: 1 为毛蕊花糖苷对照品, 2 为地黄对照药材, 3 为缺地黄阴性样品, 4~6 为供试品 (批号 230726、230912、231031)。

图 5 地黄 TLC 色谱图

Fig. 5 TLC chromatogram of *Rehmanniae Radix*

表 2 梯度洗脱程序

Tab. 2 Gradient elution programs

时间/min	A 甲醇/%	B 0.1% 磷酸/%
0~7	13~20	87~80
7~18	20~30	80~70
18~28	30~41	70~59
28~35	41~45	59~55
35~38	45~62	55~38
38~45	62~69	38~31
45~50	69~95	31~5
50~55	95	5
55~60	95~13	5~87
60~65	13	87

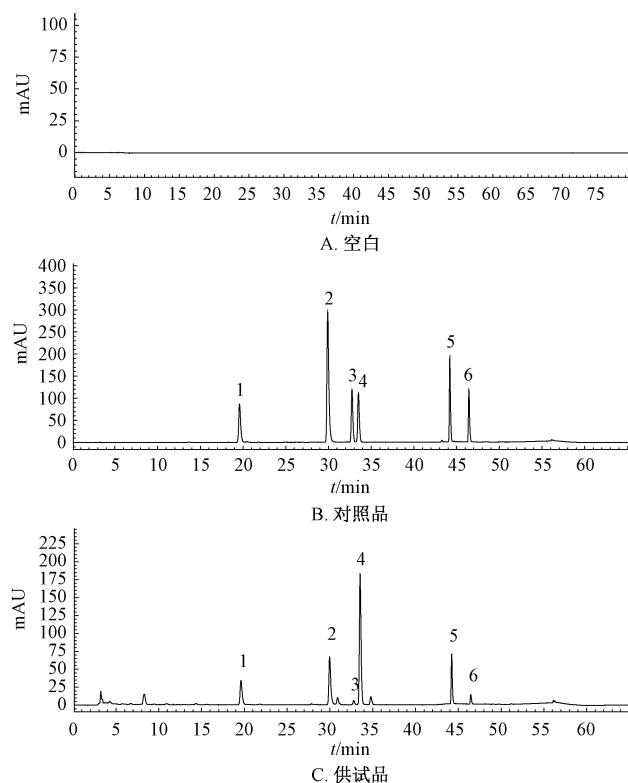
19.795 mg、山柰酚 18.195 mg, 加甲醇制成各成分质量浓度分别为 389.50、523.17、57.311、1.715 5、395.11、70.888 μ g/mL 的溶液, 即得。

2.2.2.2 供试品溶液 精密量取本品 5.00 mL, 加 15 mL 水, 摆匀, 正丁醇振摇提取 4 次, 每次 30 mL, 合并正丁醇液, 回收溶剂至干, 残渣用甲醇溶解并转移至 10 mL 量瓶中, 甲醇定容至刻度, 摆匀, 过滤, 取续滤液, 即得。

2.2.3 系统适用性考察 精密吸取“2.2.2”项下各溶液适量, 在“2.2.1”项色谱条件下进样测定, 结果见图 6。由此可知, 各成分色谱峰基线平稳, 与杂质峰无干扰, 分离度均大于 1.5, 理论塔板数按秦皮乙素峰计均大于 5 000, 表明该方法系统适用性良好。

2.2.4 方法学考察

2.2.4.1 精密度试验 取供试品溶液 (批号 230726) 适量, 在“2.2.1”项色谱条件下进样测定 6 次, 以 6 号峰 (木通苯乙醇苷 B) 为参照, 测得各共有峰相对保留时间 RSD 均小于 0.06%, 相对峰面积 RSD 均小于 0.45%, 表明仪器精密度良好。



1. 秦皮乙素 2. 菊苣酸 3. 毛蕊花糖苷 4. 木通苯乙醇苷 B

5. 槲皮素 6. 山柰酚

1. esculetin 2. chicoric acid 3. verbascoside 4. calceolarioside B

5. quercetin 6. kaempferol

图 6 各成分 HPLC 色谱图

Fig. 6 HPLC chromatograms of various constituents

2.2.4.2 重复性试验 取本品 (批号 230726) 6 份, 每份 5.00 mL, 按“2.2.2.2”项下方法制备供试品溶液, 在“2.2.1”项色谱条件下进样测定, 以 6 号峰 (木通苯乙醇苷 B) 为参照, 测得各共有峰相对保留时间 RSD 均小于 0.04%, 相对峰面积 RSD 均小于 2.21%, 表明该方法重复性良好。

2.2.4.3 稳定性试验 取供试品溶液 (批号 230726) 适量, 于 0、2、4、8、12、24 h 在“2.2.1”项色谱条件下进样测定, 以 6 号峰 (木通苯乙醇苷 B) 为参照, 测得各共有峰相对保留时间 RSD 均小于 0.07%, 相对峰面积 RSD 均小于 0.83%, 表明溶液在 24 h 内稳定性良好。

2.2.5 图谱生成及相似度评价 取 15 批药材, 按“2.2.2.2”项下方法制备供试品溶液, 在“2.2.1”项色谱条件下进样测定, 采用“中药色谱指纹图谱相似度评价系统”(2012 版), 以 S1 为参照, 采用中位数法, 多点校正后自动匹配, 见图 7, 发现 9 个共有峰, 与对照品比对后指认出 6 个, 分别为秦皮乙素 (峰 2)、菊苣酸 (峰 3)、毛蕊花

糖苷(峰5)、木通苯乙醇苷B(峰6)、槲皮素(峰8)、山柰酚(峰9)。另外,各批样品相似度分别为0.984、0.998、0.962、0.976、0.977、0.981、0.977、0.961、0.988、0.978、0.989、0.969、0.985、0.978、0.992,均大于0.9,表明其一致性良好。

2.3 含量测定

2.3.1 线性关系考察 分别精密吸取对照品溶液50、100、250、500、750、1 000 μL,置于10 mL量瓶中,甲醇定容,摇匀,在“2.2.1”项色谱条件下各进样5 μL测定。以峰面积积分值为纵坐标(Y),对照品质量浓度为横坐标(X)进行回归,结果见

表3 各成分线性关系

Tab. 3 Linear relationships of various constituents

成分	回归方程	r	线性范围/(μg·mL ⁻¹)
秦皮乙素	$Y=98.552X+4.889.9$	0.999 8	1.947 5~38.950
菊苣酸	$Y=119.442X+10.372$	0.999 8	2.615 9~52.317
毛蕊花糖苷	$Y=46.468X+1.595$	0.999 3	0.286 60~5.731 1
木通苯乙醇苷B	$Y=52.975X+10.151$	0.999 9	8.577 6~128.66
槲皮素	$Y=98.647X+620.01$	0.999 9	1.975 5~39.511
山柰酚	$Y=96.475X+854.77$	0.999 9	0.354 40~7.088 8

2.3.2 精密度试验 取供试品溶液(批号230726)适量,在“2.2.1”项色谱条件下进样测定6次,测得秦皮乙素峰面积RSD为0.14%,菊苣酸峰面积RSD为0.15%,毛蕊花糖苷峰面积RSD为0.28%,木通苯乙醇苷B峰面积RSD为0.17%,槲皮素峰面积RSD为0.25%,山柰酚峰面积RSD为0.16%,表明仪器精密度良好。

2.3.3 稳定性试验 取供试品溶液(批号230726)适量,于0、2、4、8、12、24 h在“2.2.1”项色谱条件下进样测定,测得秦皮乙素含量RSD为0.64%,菊苣酸含量RSD为0.62%,毛蕊花糖苷含量RSD为0.55%,木通苯乙醇苷B含量RSD为0.56%,槲皮素含量RSD为0.76%,山柰酚含量RSD为0.73%,表明溶液在24 h内稳定性良好。

2.3.4 重复性试验 精密量取本品(批号230726)6份,每份5.00 mL,按“2.2.2.2”项下方法制备供试品溶液,在“2.2.1”项色谱条件下进样测定,测得秦皮乙素含量RSD为1.75%,菊苣酸含量RSD为1.72%,毛蕊花糖苷含量RSD为1.75%,木通苯乙醇苷B含量RSD为1.66%,槲皮素含量RSD为1.67%,山柰酚含量RSD为1.82%,表明该方法重复性良好。

2.3.5 加样回收率试验 精密量取各成分含量已

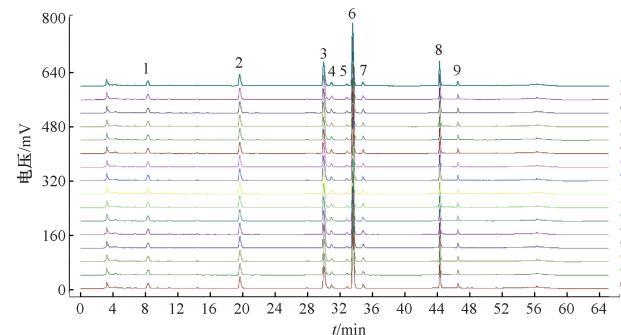


图7 15批金钱石苇合剂HPLC指纹图谱

Fig. 7 HPLC fingerprints for 15 batches of Jinqian Shiwei Mixture

表3,可知各成分在各自范围内线性关系良好。

知的本品(批号230726)6份,每份2.50 mL,置于具塞锥形瓶中,精密加入0.25 mL对照品溶液(含秦皮乙素194.43 μg/mL、菊苣酸258.45 μg/mL、毛蕊花糖苷28.680 μg/mL、木通苯乙醇苷B 861.68 μg/mL、槲皮素196.72 μg/mL、山柰酚35.52 μg/mL),按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液,在“2.2.1”项色谱条件下进样测定,计算回收率。结果,秦皮乙素、菊苣酸、毛蕊花糖苷、木通苯乙醇苷B、槲皮素、山柰酚平均加样回收率分别为98.35%、98.89%、98.30%、98.41%、98.57%、98.87%,RSD分别为0.23%、0.33%、0.19%、0.35%、0.20%、0.70%。

2.3.6 样品含量测定 取15批样品,按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液,在“2.2.1”项色谱条件下进样测定,计算含量,结果见表4。

3 讨论

3.1 TLC定性鉴别条件筛选 2020年版《中国药典》中金钱草TLC斑点分离效果差,山柰酚斑点干扰严重^[18],故本实验采用分离效果更好的甲苯-三氯甲烷-丙酮-冰醋酸(8:5:5:1)作为展开剂。另外,药典中地黄TLC斑点不清晰,重复性差,故本实验选择10%硫酸乙醇试液作为显色剂,在105 °C下加热,发现斑点清晰,重复性好^[19]。

3.2 检测波长、洗脱条件筛选 不同波长(250、

表4 各成分含量测定结果 (μg/mL)

Tab. 4 Results for content determination of various constituents (μg/mL)

编号	批号	秦皮乙素	菊苣酸	毛蕊花糖苷	木通苯乙醇苷 B	槲皮素	山柰酚
Y1	230726	18.930	21.357	3.036 5	75.470	17.996	3.516 8
Y2	230912	18.594	20.831	2.948 7	73.785	17.608	3.436 2
Y3	231031	19.945	22.398	3.184 9	78.912	18.824	3.681 6
Y4	231213	18.340	19.640	2.924 8	72.839	16.590	3.276 9
Y5	231225	18.353	20.634	2.930 3	72.815	17.308	3.393 7
Y6	240112	19.473	20.678	3.169 7	75.104	18.407	3.692 1
Y7	240127	19.864	20.503	3.175 7	75.017	17.921	3.672 1
Y8	240208	19.723	21.579	3.228 3	77.918	17.875	3.503 5
Y9	240215	18.515	20.720	2.950 2	73.277	17.217	3.421 8
Y10	240228	19.468	21.766	3.097 2	77.027	18.058	3.384 4
Y11	240305	19.023	20.919	3.044 1	73.676	17.774	3.422 8
Y12	240312	19.145	21.351	3.036 5	74.162	17.424	3.463 5
Y13	240320	19.236	20.297	3.069 5	73.005	18.139	3.488 3
Y14	240413	18.889	20.645	3.031 5	72.322	17.837	3.577 0
Y15	240425	19.896	20.807	3.171 3	78.743	18.363	3.471 3

280、320 nm) 扫描结果显示, 在 280 nm 处各成分色谱峰峰形良好, 数量多, 基线稳定^[20]。另外, 以甲醇-0.1% 磷酸洗脱时各成分色谱峰多, 分离度好, 基线稳定^[21]。

3.3 供试品溶液制备方法筛选 本实验分别考察了甲醇稀释法、三氯甲烷萃取法、正丁醇萃取法, 发现采用正丁醇萃取法时各成分色谱峰高, 分离度好, 基线噪声低。

3.4 HPLC 指纹图谱分析 指纹图谱技术兼具模糊性、整体性与差异性, 适用于成分复杂的中药制剂^[22-25]。本实验建立 15 批金钱石韦合剂 HPLC 指纹图谱, 精密度、重复性、稳定性试验 RSD 均小于 3.00%, 符合相关要求, 并且确定了 9 个共有峰, 指认了 6 种成分, 相似度为 0.961~0.998, 表明其成分一致性良好。

3.5 含量测定指标筛选 本实验结合 2020 年版《中国药典》及前期研究, 选择紫花地丁中秦皮乙素、蒲公英中菊苣酸、地黄中毛蕊花糖苷、木通中木通苯乙醇苷 B、金钱草中槲皮素和山柰酚进行含量测定, 可全面评价该制剂质量。

参考文献:

- [1] 俞仑青. 金钱草的药理作用及临床应用概况[J]. 中国现代药物应用, 2011, 5(14): 131-132.
- [2] 林 云, 江 林, 蒋 健, 等. 蒲公英的药理作用研究进展[J]. 中国现代中药, 2011, 13(8): 42-47.
- [3] 吴 强, 高燕萍. 紫花地丁化学成分和药理活性研究概况[J]. 中国民族民间医药, 2017, 26(22): 35-38.

- [4] 张 敏, 高晓红, 孙晓萌, 等. 茜草的药理作用及研究进展[J]. 北华大学学报(自然科学版), 2008, 9(1): 63-68.
- [5] 黄亮辉, 苏 琪, 赵婷婷, 等. 海金沙的化学成分及药理活性研究进展[J]. 中药材, 2011, 34(1): 150-154.
- [6] 赖海标, 梅全喜, 范文昌. 石韦的化学成分、药理作用和临床应用研究进展[J]. 中国医药导报, 2010, 7(21): 9-11.
- [7] 刘桂艳, 王 畔, 马双成, 等. 木通属植物木通化学成分及药理活性研究概况[J]. 中国药学杂志, 2004, 39(5): 17-19; 39.
- [8] 刘珊珊, 郭 杰, 李宗艾, 等. 泽泻化学成分及药理作用研究进展[J]. 中国中药杂志, 2020, 45(7): 1578-1595.
- [9] 田 硕, 苗明三. 牛膝的化学、药理及应用特点探讨[J]. 中医学报, 2014, 29(8): 1186-1188.
- [10] 黄传君, 赵方正, 张才擎. 生地黄有效成分梓醇药理作用机制研究进展[J]. 上海中医药杂志, 2017, 51(2): 93-97.
- [11] 冯娅茹, 张文婷, 李二文, 等. 三棱化学成分及药理作用研究进展[J]. 中草药, 2017, 48(22): 4804-4818.
- [12] 彭政忠, 唐靖雯, 潘 梅, 等. 金钱草通颗粒质量标准提升研究[J]. 中国民族民间医药, 2021, 30(20): 36-40.
- [13] 罗远强, 吴一振, 房 波, 等. 参苓洗液的薄层色谱鉴别法研究[J]. 内蒙古中医药, 2020, 39(11): 137-139.
- [14] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典: 2020 年版一部[S]. 北京: 中国医药科技出版社, 2020: 229.
- [15] 安 巧, 袁梦芬, 徐 赫, 等. 茜草质量标准提升研究[J]. 精细化工中间体, 2023, 53(5): 73-77.
- [16] 邹献亮. 地黄及六味地黄胶囊质量标准提升研究[D]. 上海: 上海中医药大学, 2019.
- [17] 黄绮敏, 冯华业, 李美珍, 等. 不同产地的蒲公英提取物中菊苣酸含量测定[J]. 现代食品, 2021(14): 177-178; 186.

- [18] 符映均, 石美琴, 姜晓燕, 等. 泌感合剂中金钱草、半枝莲和白花蛇舌草的薄层色谱鉴别[J]. 内蒙古师范大学学报(自然科学汉文版), 2019, 48(4): 338-341.
- [19] 杨巧虹, 陈萍. 生地黄标准汤剂质量评价及其指纹图谱的建立[J]. 医药导报, 2021, 40(10): 1383-1390.
- [20] 陈小凯, 李勇, 谭为, 等. 健脾化瘀方的HPLC指纹图谱建立及8种成分含量测定[J]. 中国药房, 2023, 34(23): 2874-2879.
- [21] 王博, 吴茱萸, 裴媛, 等. 麻石清肺合剂HPLC指纹图谱的建立及7种成分含量测定[J]. 中南药学, 2024,
- [22] 陈静. 新型指纹图谱技术在中药分析中的应用进展[J]. 黑龙江科学, 2021, 12(6): 38-39.
- [23] 范鑫玉, 吉田, 笔雪艳, 等. 中药指纹图谱分类及评价概述[J]. 黑龙江医药, 2023, 36(6): 1254-1258.
- [24] 赵剑锋, 张雪, 祁进, 等. 指纹图谱与特征图谱技术在中药配方颗粒国家标准中的应用回顾性分析[J]. 中国现代应用药学, 2023, 40(9): 1278-1281.
- [25] 江洁怡, 杨敏娟, 汤瑞茵, 等. 中药蝴蝶果UPLC指纹图谱及含量测定[J]. 药物分析杂志, 2024, 44(2): 233-241.

基于 GC-MS 指纹图谱和化学计量学评价重楼挥发油质量

董雨欣¹, 陈建辉¹, 李娜², 朱童岩¹, 于永洲², 崔晓燕³, 赵春颖¹, 熊辉^{1*}

(1. 承德医学院, 河北省中药研究与开发重点实验室, 河北 承德 067000; 2. 承德医学院, 河北省神经损伤与修复重点实验室, 河北 承德 067000; 3. 河北省药品医疗器械检定研究院, 河北 石家庄 050011)

摘要: 目的 评价重楼挥发油质量。方法 指纹图谱建立采用 Shimadzu HP-5MS 毛细管柱($30\text{ m}\times 0.25\text{ mm}, 0.25\text{ }\mu\text{m}$)；载气高纯氦气；体积流量 $1.0\text{ mL}/\text{mL}$ ；进样口温度 $250\text{ }^\circ\text{C}$ ；程序升温；电子轰击离子源，轰击能量 70 eV ；全扫描数据方式。再进行主成分分析和正交偏最小二乘判别分析。结果 20 批样品指纹图谱中有 21 个共有峰，指认出 21 种成分，相似度均大于 0.800 (CL006 除外)。各批样品 (CL038、CL046 除外) 分为 3 类，花生酸和反油酸乙酯为潜在质量标志物。结论 该方法稳定可靠，可有效识别不同地区重楼挥发油的质量差异，从而为完善该药材质量标准提供理论依据。

关键词: 重楼；挥发油；质量评价；GC-MS 指纹图谱；主成分分析；正交偏最小二乘判别分析

中图分类号: R282 **文献标志码:** A **文章编号:** 1001-1528(2026)01-0023-05

doi: 10.3969/j.issn.1001-1528.2026.01.004

Quality evaluation of volatile oils from *Paris polyphylla* var. *yunnanensis* based on GC-MS fingerprints and chemometrics

DONG Yu-xin¹, CHEN Jian-hui¹, LI Na², ZHU Tong-yan¹, YU Yong-zhou², CUI Xiao-yan³, ZHAO Chun-ying¹, XIONG Hui^{1*}

(1. Hebei Provincial Key Laboratory for Research and Development of Traditional Chinese Medicines, Chengde Medical University, Chengde 067000, China; 2. Key Laboratory for Neurological Injury and Repair, Chengde Medical University, Chengde 067000, China; 3. Hebei Provincial Institute of Drug and Medical Device Control, Shijiazhuang 050011, China)

KEY WORDS: *Paris polyphylla* Smith var. *yunnanensis* (Franch.) Hand.-Mazz.; volatile oils; quality evaluation; GC-MS fingerprints; principal component analysis; orthogonal partial least squares-discriminant analysis

收稿日期: 2025-08-29

基金项目: 国家自然科学基金委青年科学基金项目 (82104384); 承德医学院高校基本科研业务费专项项目 (KY202316); 承德医学院中药药效物质基础青年 PI 科技创新团队 (2022)

作者简介: 董雨欣 (2001—), 女, 硕士在读, 从事中药药效物质及其质量标志物研究。E-mail: 838507120@qq.com

*通信作者: 熊辉 (1991—), 男, 博士, 副教授, 从事中药药效物质及其质量标志物研究。E-mail: xiongh19911101@163.com