

# 基于 HPLC 指纹图谱、化学计量学和含量测定评价苗药热淋清颗粒质量

陈 莲<sup>1</sup>, 何雨其<sup>1</sup>, 赵鑫艳<sup>1</sup>, 唐靖雯<sup>2</sup>, 潘 婷<sup>2</sup>, 杨伟鹏<sup>3</sup>, 唐 策<sup>1</sup>, 张 静<sup>1\*</sup>,  
张 艺<sup>1\*</sup>

(1. 成都中医药大学西南特色中药资源国家重点实验室, 中药种质资源创新与高效利用实验室, 四川 成都 611137; 2. 贵州威门药业股份有限公司, 贵州 贵阳 550000; 3. 中国中医科学院中药研究所, 北京 100700)

**摘要:** 目的 评价苗药热淋清颗粒质量。方法 建立 HPLC 指纹图谱, 分析采用 ShimNex CS C<sub>18</sub> 色谱柱 (4.6 mm×250 mm, 5 μm); 流动相 0.2% 磷酸-甲醇, 梯度洗脱; 体积流量 1.0 mL/min; 柱温 30 °C; 检测波长 254 nm。再进行聚类分析、主成分分析、正交偏最小二乘-判别分析, 并测定没食子酸、鞣花酸、槲皮苷含量。结果 47 批样品指纹图谱中有 13 个共有峰, 相似度均大于 0.871。各批样品聚为 2 类, 3 个主成分累积方差贡献率为 96.632%, 筛选出 8 种差异性成分。3 种成分在各自范围内线性关系良好 ( $R^2 \geq 0.9997$ ), 平均加样回收率 96.57%~101.85%, RSD 0.70%~1.12%。结论 该方法简便可靠, 重复性好, 可为热淋清颗粒质量控制和标准提升提供科学依据。

**关键词:** 热淋清颗粒; 质量评价; HPLC 指纹图谱; 聚类分析; 主成分分析; 正交偏最小二乘法-判别分析; 含量测定

中图分类号: R283.6

文献标志码: A

文章编号: 1001-1528(2026)04-1079-08

doi:10.3969/j.issn.1001-1528.2026.04.002

## Quality evaluation of Miao medicine Relinqing Granules based on HPLC fingerprints, chemometrics and content determination

CHEN Lian<sup>1</sup>, HE Yu-qi<sup>1</sup>, ZHAO Xin-yan<sup>1</sup>, TANG Jing-wen<sup>2</sup>, PAN Ting<sup>2</sup>, YANG Wei-peng<sup>3</sup>,  
TANG Ce<sup>1</sup>, ZHANG Jing<sup>1\*</sup>, ZHANG Yi<sup>1\*</sup>

(1. State Key Laboratory for Characteristic Southwestern Chinese Medicine Resources, Laboratory for Innovation and Effective Utilization of Chinese Drug Germplasm Resources, Chengdu University of Traditional Chinese Medicine, Chengdu 611137, China; 2. Guizhou Warmen Pharmaceutical Co., Ltd., Guiyang 550000, China; 3. Institute of Chinese Materia Medica, China Academy of Chinese Medical Sciences, Beijing 100700, China)

**ABSTRACT:** **AIM** To evaluate the quality of Miao medicine Relinqing Granules. **METHODS** The HPLC fingerprints were established, the analysis was performed on a 30 °C thermostatic ShimNex CS C<sub>18</sub> column (4.6 mm×250 mm, 5 μm), with the mobile phase comprising of 0.2% phosphoric acid-methanol flowing at 1.0 mL/min in a gradient elution manner, and the detection wavelength was set at 254 nm. Subsequently, cluster analysis, principal component analysis and orthogonal partial least squares-discriminant analysis were performed, after which the contents of gallic acid, ellagic acid and quercitrin were determined. **RESULTS** There were 13 common peaks in the fingerprints for 47 batches of samples with the similarities of more than 0.871. Various batches of samples were clustered into two categories, three principal components demonstrated the accumulative variance contribution rate of 96.632%, and eight differential components were screened. Three constituents showed good linear relationships within their own ranges ( $R^2 \geq 0.9997$ ), whose average recoveries were 96.57%–101.85% with the RSDs of

收稿日期: 2025-11-25

基金项目: 国家重点研发计划“中医药现代化”重点专项 (2023YFC3504402, 2023YFC3504404, 2023YFC3504405)

作者简介: 陈 莲 (2001—), 女, 硕士在读, 从事民族药资源与评价研究。E-mail: chenlian@stu.cdutcm.edu.cn

\* 通信作者: 张 静 (1982—), 女, 博士, 教授, 硕士生导师, 从事中药、民族药药效及物质基础研究。E-mail: zhangjing1@cdutcm.edu.cn

张 艺 (1963—), 男, 博士, 研究员, 博士生导师, 从事民族药药效物质基础及其信息化研究。E-mail: zhangyi@cdutcm.edu.cn

0.70%–1.12%。 **CONCLUSION** This simple, reliable and reproducible method can provide a scientific basis for the quality control and standard enhancement of Relinqing Granules.

**KEY WORDS:** Relinqing Granules; quality evaluation; HPLC fingerprints; cluster analysis; principal component analysis; orthogonal partial least squares discriminant analysis; content determination

热淋清颗粒是由头花蓼 *Polygonum capitatum* Buch. -Ham. ex D. Don 制成的苗药制剂, 收载于2025年版《中国药典》及《卫生部颁药品标准(中药成方制剂第十七册)》, 具有清热泻火、利尿通淋功效, 在治疗泌尿系统疾病过程中显示出独特效果<sup>[1-3]</sup>。近年来, 关于热淋清颗粒的研究大多集中于药效学评价及临床疗效<sup>[4-8]</sup>, 而在质量评价方面较薄弱, 相关文献局限于单一成分含量测定或指纹图谱建立<sup>[9-11]</sup>, 同时2025年版《中国药典》仅以没食子酸为含量测定指标, 难以全面反映其内在质量。

前期报道, 含量测定作为药物质量控制的常用手段, 具有操作简便、成本低廉等特点<sup>[12]</sup>; HPLC指纹图谱可系统呈现药物所含化学成分整体特征, 为其质量鉴别与综合评价提供更全面的依据<sup>[13]</sup>, 故将两者相结合能进一步识别关键差异成分, 增强质量控制的科学性与系统性。因此, 本实验建立热淋清颗粒 HPLC 指纹图谱, 并进行聚类分析、主成分分析、正交偏最小二乘法-判别分析, 测定没食子酸、鞣花酸、槲皮苷含量, 以期为该制剂质量标准提升提供可靠依据。

## 1 材料

1.1 仪器 LC-20A XR 高效液相色谱仪, 配置 CTO-20A DAD 检测器 (日本岛津公司); BSA124S 电子分析天平 [十万分之一, 赛多利斯科学仪器 (北京) 有限公司]; FA1004 分析天平 (万分之一, 上海良平仪器仪表有限公司); UPH-I 超纯水制备仪 (四川优普超纯科技有限公司); SB-8200DTS 双频超声仪 (宁波新艺超声设备有限公司); H1650-W 微量台式高速离心机 (湖南湘仪实验室开发有限公司)。

1.2 试剂与药物 1-O-没食子酰葡萄糖对照品 (批号 G2410001, 纯度 $\geq 96.54\%$ ), 购于四川普西奥标生物科技有限公司; 没食子酸 (批号 DSTDM000802, 纯度 $\geq 98\%$ )、原儿茶酸 (批号 DSTDY008101, 纯度 $\geq 98\%$ )、异槲皮苷 (批号 DSTDY000603, 纯度 $\geq 98\%$ )、槲皮苷 (批号 DSTDH000602, 纯度 $\geq 98\%$ ) 对照品, 均购于成都乐美天医药/德思特生物公司; 绿原酸 (批号 RFS-

L00701908029, 纯度 $\geq 98\%$ )、鞣花酸 (批号 R0040190812, 纯度 $\geq 98\%$ ) 对照品, 均购于成都瑞芬思德丹生物科技有限公司。

含糖型热淋清颗粒 17 批 (编号 S1~S17, 批号 B230901、B230902、B231001、B231002、B231201、B231202、B240201、B240202、B240501、B240502、B240601、B240602、241101、241201、B241201、B241202、B250101)、无糖型热淋清颗粒 30 批 (编号 S18~S47, 批号 20240101、20240102、20240201、20240202、20240301、20240302、20240401、20240402、20240501、20240502、20240601、20240602、20240714、20240715、20240801、20240802、20240902、20240903、20241002、20241003、20241101、20241102、20241201、20241202、250101、250102、250201、250202、250301、250302), 均由贵州威门药业股份有限公司提供。

磷酸、甲醇均为色谱纯, 购于赛默飞世尔科技 (中国) 有限公司; 其他试剂均为分析纯; 水为超纯水。

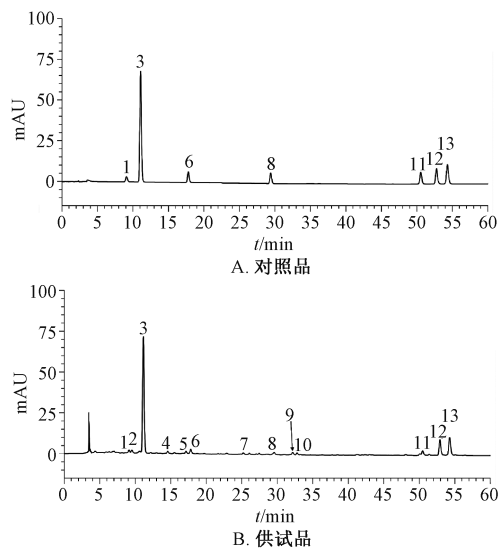
## 2 方法与结果

2.1 色谱条件 ShimNex CS C<sub>18</sub> 色谱柱 (4.6 mm×250 mm, 5 μm); 流动相 0.2% 磷酸 (A) - 甲醇 (B), 梯度洗脱 (0~7 min, 5%~10% B; 7~18 min, 10%~18% B; 18~25 min, 18%~28% B; 25~38 min, 28%~35% B; 38~39 min, 35%~40% B; 39~46 min, 40%~43% B; 46~47 min, 43%~47% B; 47~60 min, 47%~49% B); 体积流量 1 mL/min; 柱温 30 °C; 检测波长 254 nm; 进样量 10 μL。在此条件下, 各成分色谱峰分离度良好, 见图 1。

### 2.2 溶液制备

2.2.1 对照品溶液 称取 1-O-没食子酰葡萄糖、没食子酸、原儿茶酸、绿原酸、异槲皮苷、鞣花酸、槲皮苷对照品适量, 甲醇溶解定容, 即得。

2.2.2 供试品溶液 取本品粉末 (过 3 号筛) 约 1 g, 精密称定, 置于具塞锥形瓶中, 精密加入 10 mL 甲醇, 称定质量, 超声 (功率 500 W, 频率 40 kHz) 处理 30 min, 放冷, 甲醇补足减失的质量, 摇匀, 取续滤液, 13 000 r/min 离心 15 min, 0.45 μm 微孔滤膜过滤, 即得。



1. 1-O-没食子酰葡萄糖 3. 没食子酸 6. 原儿茶酸 8. 绿原酸  
11. 异槲皮苷 12. 鞣花酸 13. 槲皮苷  
1. 1-O-galloylglucose 3. gallic acid 6. protocatechuic acid  
8. chlorogenic acid 11. isoquercitrin 12. ellagic acid  
13. quercitrin

图1 各成分HPLC色谱图

Fig. 1 HPLC chromatograms of various constituents

### 2.3 HPLC 指纹图谱建立

#### 2.3.1 精密度的试验

2.3.1.1 日内精密度的试验 取本品(S25)适量,按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液,同一天内在“2.1”项色谱条件下进样测定6次,以没食子酸(峰3)为参照,测得各共有峰相对保留时间RSD均小于0.05%,相对峰面积RSD均小于1.31%,表明仪器日内精密度的良好。

2.3.1.2 日间精密度的试验 取本品(S25)适量,按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液,在“2.1”项色谱条件下连续进样测定3d,每天6次,以没食子酸(峰3)为参照,测得各共有峰相对保留时间RSD均小于0.08%,相对峰面积RSD均小于1.44%,表明仪器日间精密度的良好。

2.3.2 重复性的试验 取本品(S25)6份,按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液,在“2.1”项色谱条件下进样测定,以没食子酸(峰3)为参照,测得各共有峰相对保留时间RSD均小于0.16%,相对峰面积RSD均小于2.57%,表明该方法重复性的良好。

2.3.3 稳定性的试验 取本品(S25)适量,按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液,室温下于0、2、4、8、12、24h在“2.1”项色谱条件下进样测定,以没食子酸(峰3)为参照,测得各共有峰

相对保留时间RSD均小于0.15%,相对峰面积RSD均小于2.60%,表明溶液在24h内稳定性良好。

2.3.4 图谱生成 取47批样品,按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液,在“2.1”项色谱条件下进样测定,将相关数据导入“中药色谱指纹图谱相似度评价系统”(2012版),设置时间窗宽度为0.1min,采用多点校正法进行全峰匹配,生成指纹图谱和对照图谱(R),见图2,发现13个共有峰。

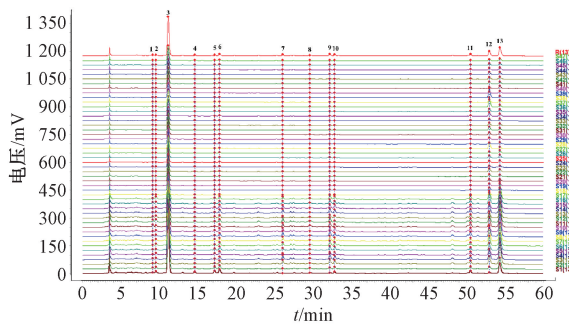


图2 47批热淋清颗粒HPLC指纹图谱

Fig. 2 HPLC fingerprints for 47 batches of Relinqing Granules

2.3.5 相似度的分析 将47批样品色谱数据导入“中药色谱指纹图谱相似度评价系统”(2012版),以对照图谱为参照计算相似度,结果分别为0.988、0.992、0.996、0.997、0.999、0.998、0.999、0.999、0.998、0.996、0.996、0.999、0.998、0.998、0.998、1.000、0.996、0.995、0.995、0.994、0.994、0.991、0.993、0.996、0.999、0.998、0.932、0.990、0.997、0.998、0.987、0.993、0.996、0.987、0.992、0.900、0.992、0.871、0.994、0.997、0.994、0.996、0.997、0.997、0.996、0.995,均大于0.85,表明批次间的相似度较高。

#### 2.4 化学计量学研究

2.4.1 聚类分析 将47批样品共有峰峰面积导入SPSS 27.0.1软件进行分析,结果见图3。由此可知,欧式距离为25时各批样品聚为2类,S1~S17为一类,其余批次为一类,表明同类型(S1~S17均为含糖型,S18~S47均为无糖型)所含成分含量一致;欧式距离为15时各批样品聚为3类,S1、S2为一类,S3~S17为一类,其余批次为一类,表明不同批次样品之间存在一定差异,其原因可能与饮片质量、制剂加工等因素有关。

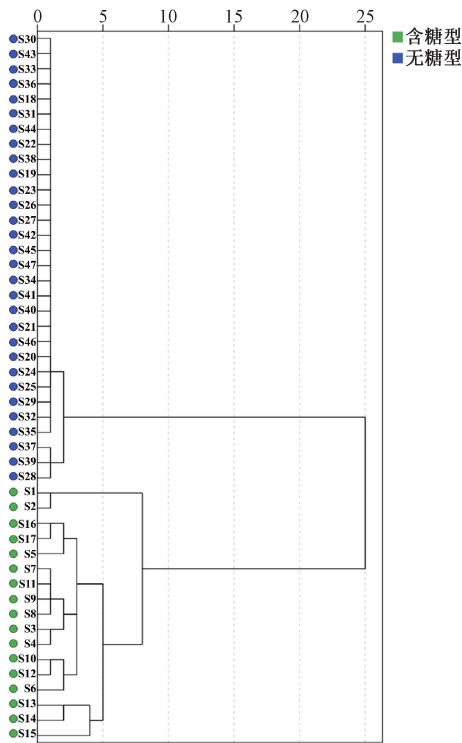


图3 47批热淋清颗粒聚类分析树状图  
Fig. 3 Cluster analysis dendrogram for 47 batches of Relinqing Granules

2.4.2 主成分分析 采用 SPSS 27.0.1 软件, 以 47 批样品共有峰峰面积为变量<sup>[14]</sup>, 发现 3 个主成分累积方差贡献率为 96.632%, 包含了制剂主要信息, 代表性较好, 可作为质量控制指标<sup>[15]</sup>, 见表 1。

再采用最大分散法对主成分进行正交旋转, 得到载荷矩阵, 见表 2。由此可知, 2、3 (没食子酸)、4、5、6 (原儿茶酸)、7、10、11 (异槲皮苷)、13 (槲皮苷) 号峰对主成分 1 贡献度较大, 3 (没食子酸)、8 (绿原酸)、9、10、11 (异槲皮苷)、12 (鞣花酸)、13 (槲皮苷) 号峰对主成分 2 贡献度较大, 1 (1-O-没食子酰葡萄糖)、2、8 (绿原酸)、11 (异槲皮苷) 号峰对主成分 3 贡献度较大, 表明影响制剂质量的原因是多成分协同效应。

然后, 绘制主成分碎石图, 见图 4。由此可知, 前 3 个主成分倾斜度更大, 可全面反映制剂质量。

最后, 将 47 批样品共有峰峰面积导入 SIMCA 14.1 软件进行分析, 结果见图 5。由此可知, 各批样品在主成分 t [1] 方向有明显区分, S1 ~ S17

表 1 主成分特征值和方差贡献率

Tab. 1 Eigenvalues and variance contribution rates of principal components

主成分	初始特征值			提取载荷平方和			旋转载荷平方和		
	总计	方差贡献率/%	累积方差贡献率/%	总计	方差贡献率/%	累积方差贡献率/%	总计	方差贡献率/%	累积方差贡献率/%
1	11.316	87.049	87.049	11.316	87.049	87.049	5.622	43.248	43.248
2	0.847	6.513	93.561	0.847	6.513	93.561	4.013	30.867	74.115
3	0.399	3.071	96.632	0.399	3.071	96.632	2.927	22.517	96.632

表 2 旋转后主成分载荷矩阵

Tab. 2 Loading matrices for principal components after rotation

共有峰	主成分 1	主成分 2	主成分 3
1	0.410	0.384	0.809
2	0.681	0.426	0.556
3	0.705	0.545	0.444
4	0.848	0.307	0.397
5	0.927	0.182	0.269
6	0.849	0.420	0.311
7	0.773	0.491	0.383
8	0.390	0.546	0.692
9	0.492	0.749	0.409
10	0.668	0.698	0.203
11	0.625	0.565	0.517
12	0.187	0.861	0.356
13	0.574	0.659	0.461

(含糖型) 为一类, S18 ~ S47 (无糖型) 为一类, 与聚类分析一致。

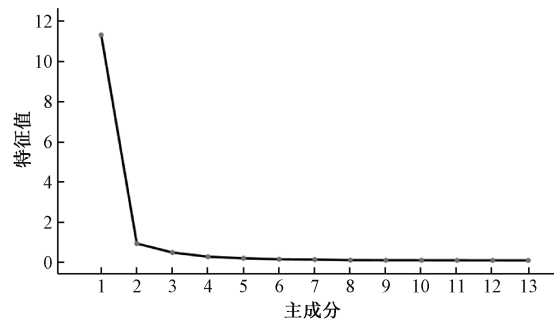
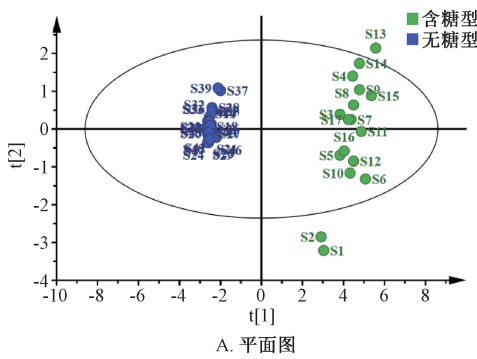


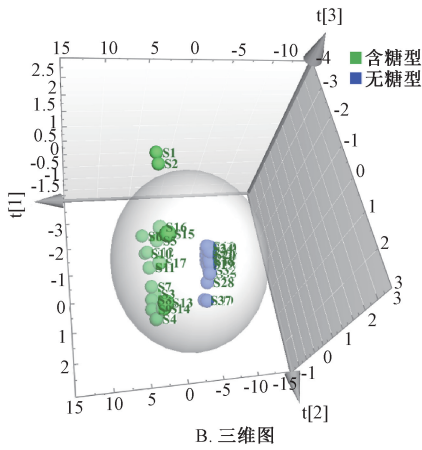
图 4 主成分碎石图

Fig. 4 Scree plot for principal components

2.4.3 正交偏最小二乘法-判别分析 为进一步寻找质量差异标志物, 采用 SIMCA 14.1 软件对 47 批样品进行有监督模式分析, 结果见图 6。由此可知, 含糖型、无糖型制剂呈现明显分离趋势, 与聚类分析、主成分分析一致; 自变量拟合指数  $R^2X$



A. 平面图



B. 三维图

图5 47批热淋清颗粒主成分分析得分图

Fig. 5 Score plots for principal component analysis of 47 batches of Relinqing Granules

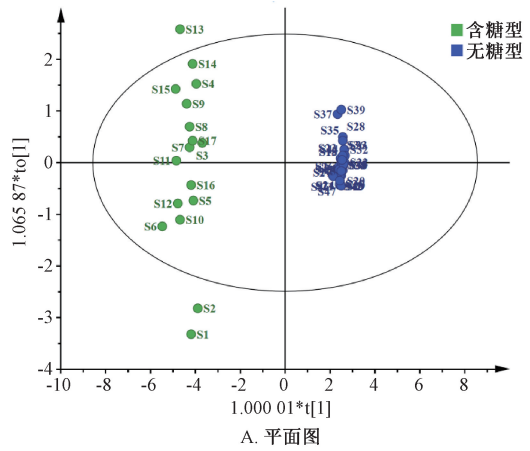
为0.935, 因变量拟合指数  $R^2Y$  为0.993, 预测指数  $Q^2$  为0.990, 均大于0.5, 表明模型具有良好的解释性及预测可靠性。

再进行200次置换检验, 结果见图7。由此可知, 右边原始模型  $R^2$ 、 $Q^2$  均显著高于左边随机排列后的,  $Q^2$  回归线截距为-0.255, 表明模型不存在过拟合<sup>[16]</sup>。

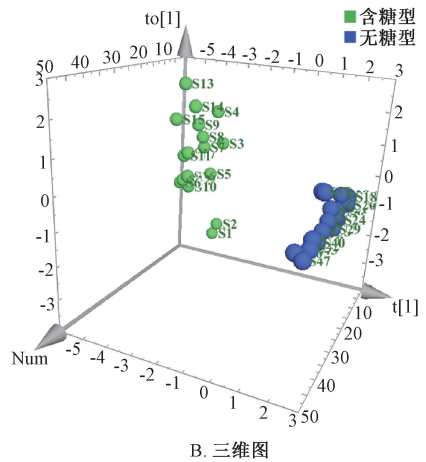
然后, 以变量重要性投影值 (VIP 值) 大于1为标准<sup>[17-19]</sup> 筛选出8种成分, 见图8。由此可知, 各成分VIP值由大到小依次为3号峰 (没食子酸)、7号峰、6号峰 (原儿茶酸)、11号峰 (异槲皮苷)、13号峰 (槲皮苷)、4号峰、2号峰、9号峰, 可能是引起制剂批间差异的主要变量, 即为质量差异标志物。

### 2.5 含量测定 采用HPLC法。

2.5.1 线性关系考察 取“2.2.1”项下对照品溶液适量, 甲醇逐级 (2倍) 稀释6次, 过滤, 在“2.1”项色谱条件下进行测定。以对照品质量浓度为横坐标 (X), 峰面积为纵坐标 (Y) 进行回归, 结果见表3, 可知各成分在各自范围内线性关



A. 平面图



B. 三维图

图6 47批热淋清颗粒正交偏最小二乘法判别分析得分图

Fig. 6 Score plots for orthogonal partial least squares discriminant analysis of 47 batches of Relinqing Granules

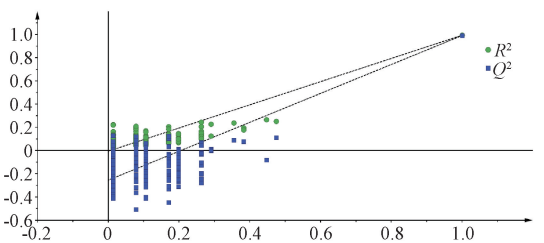


图7 47批热淋清颗粒正交偏最小二乘法判别分析置换检验图

Fig. 7 Permutation test plot for orthogonal partial least squares discriminant analysis of 47 batches of Relinqing Granules

系良好。

2.5.2 检出限、定量限测定 将“2.2.1”项下对照品溶液稀释, 在“2.1”项色谱条件下进行测定, 以峰高、基线噪音比值 (S/N) = 3时对应的质量浓度为检测限, S/N=10时对应的质量浓度为定量限, 结果见表3。

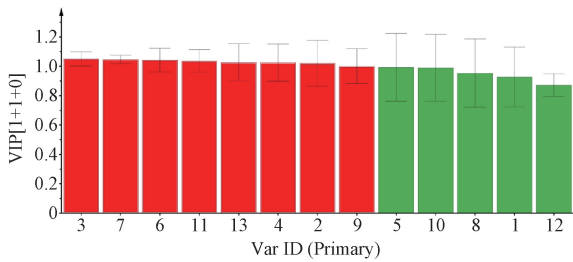


图8 47批热淋清颗粒正交偏最小二乘法判别分析VIP值  
Fig.8 VIP values for orthogonal partial least squares discriminant analysis of 47 batches of Relinqing Granules

2.5.3 精密度试验 取“2.2.1”项下对照品溶液适量，在“2.1”项色谱条件下进样测定6次，测得没食子酸、鞣花酸、槲皮苷峰面积RSD分别为0.94%、0.38%、0.92%，表明仪器精密度良好。

2.5.4 稳定性试验 取本品(S25)适量，按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液，室温下于0、2、4、8、12、24 h在“2.1”项色谱条件下进样测定，测得没食子酸、鞣花酸、槲皮苷峰面积RSD分别为0.61%、0.46%、1.69%，表明溶液在24 h内稳定性良好。

表3 各成分线性关系

Tab.3 Linear relationships of various constituents

成分	回归方程	R <sup>2</sup>	线性范围/(mg·mL <sup>-1</sup> )	定量限/(μg·mL <sup>-1</sup> )	检测限/(μg·mL <sup>-1</sup> )
没食子酸	Y=20 247 274.9X+164 111.6	0.999 7	0.016 1~0.517 5	0.044 9	0.003 0
鞣花酸	Y=101 735 885.1X-4 383.2	0.999 9	0.001 0~0.031 4	0.007 0	0.001 6
槲皮苷	Y=35 322 295.2X+35 889.3	0.999 8	0.002 0~0.126 9	0.024 8	0.007 4

2.5.5 重复性试验 取本品(S25)适量，按“2.2.2”项下方法平行制备6份供试品溶液，在“2.1”项色谱条件下进样测定，测得没食子酸、鞣花酸、槲皮苷含量RSD分别为0.77%、1.17%、1.37%，表明该方法重复性良好。

2.5.6 加样回收率试验 精密称取各成分含量已知的本品(S25)6份，每份0.5 g，按100%水平精密加入对照品，按“2.2.2”项下方法制备供试

品溶液，在“2.1”项色谱条件下进样测定，计算回收率。结果，没食子酸、鞣花酸、槲皮苷平均加样回收率分别为100.27%、96.57%、101.85%，RSD分别为0.70%、0.80%、1.12%。

2.5.7 样品含量测定 取47批样品，按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液，在“2.1”项色谱条件下进样测定，计算含量，平行3次，结果见表4。

表4 各成分含量测定结果(mg/g, n=3)

Tab.4 Results for content determination of various constituents (mg/g, n=3)

编号	没食子酸	鞣花酸	槲皮苷	编号	没食子酸	鞣花酸	槲皮苷
S1	2.901 0	0.014 8	0.300 4	S25	0.319 0	0.013 6	0.032 4
S2	2.745 3	0.022 9	0.326 8	S26	0.567 8	0.021 7	0.080 9
S3	3.043 9	0.078 0	0.644 9	S27	0.594 6	0.018 1	0.077 7
S4	3.079 8	0.102 5	0.636 1	S28	0.459 3	0.059 6	0.040 8
S5	3.031 4	0.063 0	0.503 1	S29	0.537 4	0.013 7	0.042 1
S6	3.838 2	0.068 7	0.510 9	S30	0.458 4	0.019 1	0.056 2
S7	3.079 8	0.096 1	0.581 6	S31	0.513 9	0.023 0	0.069 3
S8	3.409 4	0.125 4	0.551 0	S32	0.499 0	0.035 2	0.060 2
S9	3.441 4	0.112 3	0.673 4	S33	0.496 2	0.027 6	0.054 7
S10	3.351 2	0.057 1	0.665 1	S34	0.456 1	0.018 3	0.051 8
S11	3.405 8	0.086 6	0.626 4	S35	0.545 3	0.039 1	0.069 7
S12	3.317 6	0.060 7	0.631 0	S36	0.530 9	0.028 7	0.056 2
S13	3.533 9	0.102 2	0.776 1	S37	0.587 3	0.089 1	0.056 7
S14	3.708 8	0.099 5	0.748 9	S38	0.426 8	0.026 0	0.048 0
S15	3.114 8	0.087 2	0.558 2	S39	0.492 3	0.087 3	0.045 8
S16	3.414 8	0.061 3	0.586 4	S40	0.482 1	0.012 4	0.047 1
S17	3.481 0	0.086 3	0.552 3	S41	0.557 4	0.015 6	0.065 0
S18	0.498 5	0.026 1	0.064 6	S42	0.548 4	0.019 5	0.053 2
S19	0.535 9	0.028 3	0.066 8	S43	0.518 2	0.019 7	0.056 4
S20	0.454 8	0.021 9	0.048 8	S44	0.514 9	0.024 1	0.066 0
S21	0.526 9	0.022 2	0.052 4	S45	0.514 6	0.018 1	0.061 4
S22	0.467 3	0.024 5	0.050 0	S46	0.572 1	0.019 1	0.060 4
S23	0.562 6	0.032 8	0.059 4	S47	0.513 3	0.013 3	0.055 6
S24	0.436 1	0.015 7	0.039 4				

### 3 讨论

本实验优化了样品处理方法与色谱条件, 最终确定前者为 10 mL 甲醇超声提取 30 min, 此时提取效率较高; 后者为检测波长 254 nm, 体积流量 1.0 mL/min, 柱温 30 °C, 进样量 10 μL, 此时各成分分离效果良好。

由于热淋清颗粒含黄酮、酚酸等多种活性成分<sup>[6,20-22]</sup>, 故仅以没食子酸为指标难以全面反映该制剂质量。前期虽已建立热淋清颗粒指纹图谱并标定 17 个共有峰, 但仅指认出 3 种成分<sup>[10]</sup>, 文献<sup>[9]</sup>也仅同时测定 4 种成分的含量, 而本实验标定 13 个共有峰, 并指认出 7 种成分。另外, 由于热淋清颗粒中大多数成分色谱峰的响应值较低, 故现阶段仅对没食子酸、鞣花酸和槲皮苷进行含量测定, 后续可考虑采用 UPLC-QQQ-MS 法分析其余成分。

相似度分析结果显示, 47 批热淋清颗粒该指标介于 0.871~1.000 之间, 表明不同批次样品质量总体稳定, 仅 S39 偏低 (<0.90), 可能与原料采收、贮藏、工艺波动有关<sup>[23-24]</sup>, 建议加强源头质量控制及工艺标准化。化学计量学研究结果表明, 含糖型、无糖型热淋清颗粒所含化学成分差异显著, 可能与辅料影响其溶出有关<sup>[25-26]</sup>; OPLS-DA 筛选出 8 种关键差异成分, 包括没食子酸、原儿茶酸、槲皮苷等活性物质<sup>[20-21]</sup>, 可能是影响批次间制剂质量波动的主要标志物。

### 4 结论

本实验所建立的 HPLC 指纹图谱与含量测定方法稳定可靠, 结合化学计量学时可作为热淋清颗粒质量评价与控制提供更全面科学的依据。

### 参考文献:

[1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典: 2025 年版一部[S]. 北京: 中国医药科技出版社, 2025: 1493.

[2] 国家药典委员会. 卫生部颁药品标准(中药成方制剂第十七册)[S]. 北京: 人民卫生出版社, 1998: 219.

[3] 马凤伟. 热淋清颗粒的体内代谢动力学研究[D]. 贵阳: 贵州师范大学, 2014.

[4] Chen H, Yuan L, Ma X, et al. Herb-drug interaction: The effect of *Polygonum capitatum* extract on pharmacokinetics of levofloxacin in rats[J]. *J Pharm Biomed Anal*, 2021, 195: 113832.

[5] 院恩萌, 李 星, 李梁斌, 等. 热淋清颗粒联合阿莫西林克拉维酸钾治疗儿童输尿管支架管相关尿路感染的临床研究[J]. *现代药物与临床*, 2025, 40(2): 421-425.

[6] Li Z Q, Du X, Li Y F, et al. Pharmacokinetics of gallic acid and protocatechuic acid in humans after dosing with Relinqing (RLQ) and the potential for RLQ-perpetrated drug-drug

interactions on organic anion transporter (OAT) 1/3 [J]. *Pharm Biol*, 2021, 59(1): 757-768.

[7] 姜 特, 李来来, 柴艺汇, 等. 基于 TLR4/MyD88/NF-κB 信号通路探讨热淋清颗粒对 LPS 诱导的 MH-S 小鼠肺泡巨噬细胞的抗炎作用机制[J]. *中药材*, 2023, 46(10): 2591-2594.

[8] Zhang Y Y, Liang D Y, Li L L, et al. Relinqing Granules inhibiting lipopolysaccharide-induced pneumonia injury through modulation of the PI3K/AKT/mTOR signaling pathway[J]. *J Ethnopharmacol*, 2025, 353(Pt A): 120303.

[9] 杨芳芳, 张志宇. 热淋清颗粒有效成分的含量测定[J]. *北方药学*, 2014, 11(8): 2-3.

[10] 吴红梅, 王祥培, 贺祝英, 等. 热淋清颗粒 HPLC 指纹图谱的研究[J]. *中成药*, 2009, 31(4): 496-498.

[11] Zhang K X, Wang Y S, Jing W G, et al. Improved quality control method for prescriptions of *Polygonum capitatum* through simultaneous determination of nine major constituents by HPLC coupled with triple quadrupole mass spectrometry[J]. *Molecules*, 2013, 18(10): 11824-11835.

[12] 徐荣荣, 李 蕊, 张楚涵, 等. 基于 UPLC 指纹图谱及多成分含量测定结合化学计量学评价不同产地连翘质量[J]. *中草药*, 2025, 56(17): 6362-6369.

[13] 尹晓娟, 曹海龙, 唐 芳. 近 10 年中药质量控制与评价模式的最新进展[J]. *甘肃科技*, 2021, 37(5): 123-126; 26.

[14] Liu W, Huang L Y, Zhu J S, et al. Identification of *Vernonia patula* Merr. and its similar varieties based on a combination of HPLC fingerprinting and chemical pattern recognition[J]. *Molecules*, 2024, 29(7): 1517.

[15] 龚 婕, 姚 芙, 厉 晓, 等. 基于 HPLC 指纹图谱和多成分定量结合化学模式识别的白薇质量评价[J]. *中草药*, 2025, 56(15): 5578-5585.

[16] 王志轩, 高 婧, 王世权, 等. HPLC 指纹图谱结合化学模式识别的泽泻盐炙前后对比[J]. *食品与药品*, 2025, 27(4): 334-341.

[17] 王雷清, 徐苏林, 薛俊娟, 等. 基于指纹图谱和多成分定量结合化学模式识别的北沙参质量评价[J]. *中草药*, 2025, 56(15): 5586-5595.

[18] 任 莹, 田心良, 单瑞龙, 等. 基于 HPLC 指纹图谱结合化学计量学评价十一味定喘口服液质量[J]. *中成药*, 2025, 47(7): 2336-2340.

[19] 罗佳星, 文 检, 何昊奇, 等. 基于 HPLC 指纹图谱和化学计量学的翼首草不同药用部位差异性标志物研究[J]. *中药材*, 2025, 48(1): 129-133.

[20] 彭启伦, 杨 杰, 郭步伐, 等. 基于 LC-MS 和 GC-MS 代谢组学分析头花蓼不同入药部位黄酮类成分[J]. *天然产物研究与开发*, 2024, 36(12): 2031-2041.

[21] 曾宪法, 刘 畅, 杨小英, 等. 头花蓼化学成分、药理作用和临床应用研究进展及其潜在质量标志物(Q-Marker)预测分析[J]. *中草药*, 2023, 54(10): 3378-3390.

[22] Yang J, Zhang Y, Guo B F, et al. Combined transcriptomic and metabolomic analyses reveal the pharmacognostic mechanism of the metabolism of flavonoids in different parts of *Polygonum*

- capitatum*[J]. *Plant Genome*, 2025, 18(1): e20543.
- [23] 梅南菊, 赖长江生, 刘锦芮, 等. 中药原料保质期研究进展[J]. *中草药*, 2022, 53(20): 6611-6625.
- [24] 刘锦芮, 赖长江生, 梁 嫌, 等. 中药采收期的机理与控制方法的研究进展[J]. *中药材*, 2022, 45(8): 2019-2025.
- [25] 关欢欢, 白 雷, 袁冬平, 等. 中药制造全过程的品质传递控制与一致性评价研究进展[J]. *中草药*, 2024, 55(5): 1728-1737.
- [26] 江丽慧, 禹海燕, 于蓓蓓, 等. 六味地黄丸(浓缩丸)现代制剂辅料的优化[J]. *中成药*, 2021, 43(5): 1128-1135.

## 基于 HPLC 指纹图谱、化学模式识别和含量测定评价黄花倒水莲质量

袁健童<sup>1</sup>, 梁祖兴<sup>2</sup>, 胡仁传<sup>1</sup>, 柴 玲<sup>1</sup>, 黄勇波<sup>2</sup>, 谢晓婷<sup>2</sup>, 谷立勋<sup>3</sup>, 冯 军<sup>1\*</sup>, 赖克道<sup>1\*</sup>

(1. 广西壮族自治区中医药研究院, 广西中药质量标准研究重点实验室, 广西南宁 530012; 2. 金秀瑶族自治县大健康产业发展中心, 广西金秀 545700; 3. 广西药品检验研究院, 国家药品监督管理局中药材质量监测与评价重点实验室, 广西南宁 530021)

**摘要:** 目的 评价黄花倒水莲质量。方法 建立 HPLC 指纹图谱, 分析采用 Waters CORTECS T3 C<sub>18</sub> 色谱柱 (2.1 mm×150 mm, 1.6 μm); 流动相乙腈-0.1% 甲酸, 梯度洗脱; 体积流量 0.3 mL/min; 柱温 35 °C; 检测波长 256 nm。再进行聚类分析、主成分分析、正交偏最小二乘法-判别分析, 并以 4-β-*O*-葡萄糖基-1, 3, 7-三羟基咕吨酮为内标, 计算 7-*O*-甲基枋果苷、远志吡酮Ⅲ相对校正因子, 一测多评法测定其含量。**结果** 29 批药材指纹图谱中有 5 个共有峰, 相似度 (除 S2 外) 均大于 0.80。各批药材聚为 2 类, 7-*O*-甲基枋果苷为质量差异标志物。3 种成分在各自范围内线性关系良好 ( $R^2 \geq 0.999 0$ ), 平均加样回收率 95.34%~104.64%, RSD 1.31%~2.30%。**结论** 该方法准确可靠, 可为黄花倒水莲质量控制提供依据。

**关键词:** 黄花倒水莲; 质量评价; HPLC 指纹图谱; 聚类分析; 主成分分析; 正交偏最小二乘法-判别分析; 含量测定; 一测多评

中图分类号: R282

文献标志码: A

文章编号: 1001-1528(2026)04-1086-07

doi: 10.3969/j.issn.1001-1528.2026.04.003

## Quality evaluation of *Polygala fallax* based on HPLC fingerprints, chemical pattern recognition and content determination

YUAN Jian-tong<sup>1</sup>, LIANG Zu-xing<sup>2</sup>, HU Ren-chuan<sup>1</sup>, CHAI Ling<sup>1</sup>, HUANG Yong-bo<sup>2</sup>, XIE Xiao-ting<sup>2</sup>, GU Li-qing<sup>3</sup>, FENG Jun<sup>1\*</sup>, LAI Ke-dao<sup>1\*</sup>

(1. Guangxi Key Laboratory for Research on Quality Standards for Traditional Chinese Medicines, Guangxi Zhuang Autonomous Regional Institute of Chinese Medicine and Pharmaceutical Science, Nanning 530012, China; 2. Jinxiu Yao Autonomous County Big Health Industry Development Center, Jinxiu 545700, China; 3. National Medical Products Administration Key Laboratory for Quality Monitoring and Evaluation of Chinese Medicinal Materials, Guangxi Institute for Drug Control, Nanning 530021, China)

收稿日期: 2025-10-10

基金项目: 广西自然科学基金 (2023GXNSFAA026089); 广西壮族自治区中医药管理局项目 (GXZYA20250013); 金秀瑶族自治县大健康产业发展中心项目 (KJCYB-HX [2024] 068)

作者简介: 袁健童 (1988—), 男, 硕士, 助理研究员, 从事中药质量标准研究。E-mail: 172525854@qq.com

\* 通信作者: 冯 军 (1985—), 男, 硕士, 副主任药师, 从事中药成分分析研究。E-mail: 282230217@qq.com

赖克道 (1978—), 男, 研究员, 从事中药、民族药研究。E-mail: laikedao@163.com