

UPLC-MS/MS 法同时测定治咳枇杷露中 10 种成分的含量

姚昱吏¹, 南丹慧¹, 康荣峰¹, 刘晓玲¹, 马海棠¹, 李运^{2*}, 杨扶德^{1*}

(1. 甘肃中医药大学药学院, 甘肃兰州 730000; 2. 兰州市食品药品检验检测研究院, 甘肃兰州 730050)

摘要: **目的** 建立 UPLC-MS/MS 法同时测定治咳枇杷露中绿原酸、桑黄酮 G、白花前胡甲素、桑根酮 C、桑皮苷 A、东莨菪内酯、熊果酸、齐墩果酸、槲皮素、异槲皮苷的含量。**方法** 分析采用 Brownlee SPP C₁₈ 色谱柱 (2.1 mm×100 mm, 2.7 μm); 流动相水 (含 0.1% 甲酸和 5 mmol/L 乙酸铵) -乙腈, 梯度洗脱; 体积流量 0.3 mL/min; 柱温 35 °C; 电喷雾离子源; 正负离子扫描; 多反应监测模式。再进行聚类分析、主成分分析、正交偏最小二乘判别分析。**结果** 10 种成分在各自范围内线性关系良好 ($R^2 > 0.999 1$), 平均加样回收率 94.78% ~ 105.60%, RSD 1.18% ~ 3.93%。19 批样品聚为 4 类或 3 类, 5 个主成分累积方差贡献率为 91.70%, 主要差异成分为异槲皮苷、绿原酸、东莨菪内酯。**结论** 该方法准确灵敏, 可为治咳枇杷露的质量评价提供参考。

关键词: 治咳枇杷露; 化学成分; 含量测定; UPLC-MS/MS; 聚类分析; 主成分分析; 正交偏最小二乘判别分析

中图分类号: R927.2

文献标志码: A

文章编号: 1001-1528(2026)03-0727-07

doi:10.3969/j.issn.1001-1528.2026.03.003

Simultaneous content determination of ten constituents in Zhike Pipa Distillate Formula by UPLC-MS/MS

YAO Yu-li¹, NAN Dan-hui¹, KANG Rong-feng¹, LIU Xiao-ling¹, MA Hai-tang¹, LI Yun^{2*}, YANG Fu-de^{1*}

(1. School of Pharmacy, Gansu University of Chinese Medicine, Lanzhou 730000, China; 2. Lanzhou Municipal Institute for Food and Drug Control, Lanzhou 730050, China)

ABSTRACT: **AIM** To establish a UPLC-MS/MS method for the simultaneous content determination of chlorogenic acid, kuwanon G, praeruptorin A, sanggenon C, mulberroside A, scopolin, ursolic acid, oleanolic acid, quercetin and isoquercitrin in Zhike Pipa Distillate Formula. **METHODS** The analysis was performed on a 35 °C thermostatic Brownlee SPP C₁₈ column (2.1 mm×100 mm, 2.7 μm), with the mobile phase comprising of water (containing 0.1% formic acid and 5 mmol/L ammonium acetate) -acetonitrile flowing at 0.3 mL/min in a gradient elution manner, and electron spray ionization source was adopted in positive and negative ion scanning with multiple reaction monitoring mode. Subsequently, cluster analysis, principal component analysis and orthogonal partial least squares discriminant analysis were performed. **RESULTS** Ten constituents showed good linear relationships within their own ranges ($R^2 > 0.999 1$), whose average recoveries were 94.78% - 105.60% with the RSDs of 1.18% - 3.93%. Nineteen batches of samples were clustered into 4 or 3 types, 5 principal components demonstrated the accumulative variance contribution rate of 91.70%, the main differential components were scopolin, quercetin, morusin, isoquercitrin, chlorogenic acid and peucedanin. **CONCLUSION** This accurate and sensitive method can provide a reference for the quality evaluation of Zhike Pipa Distillate Formula.

KEY WORDS: Zhike Pipa Distillate Formula; chemical constituents; content determination; UPLC-MS/MS;

收稿日期: 2025-07-24

基金项目: 国家药品监督管理局中药材及饮片质量控制重点实验室项目 (2024GSMPA-KL); 2021 年度甘肃高等学校产业支撑计划项目 (2021CYZC-40); 甘肃省科技专员专项 (22CX8GA019); 兰州市人才创新创业项目 (2023-RC-9)

作者简介: 姚昱吏 (2000—), 男, 硕士生, 从事中药鉴定及其品质评价研究。E-mail: 18309432125@163.com

* **通信作者:** 李运 (1985—), 男, 博士, 高级工程师, 从事中药质量控制研究。E-mail: lyun04@163.com

杨扶德 (1972—), 男, 博士, 教授, 博士生导师, 从事中药品质、中药材规范化栽培研究。E-mail: gszzyfd@163.com

cluster analysis; principal component analysis; orthogonal partial least squares discriminant analysis

治咳枇杷露具有清肺热、止咳化痰功效，临床上用于治疗风热咳嗽、支气管炎等症^[1]，由枇杷叶、百部、前胡、桔梗、桑白皮等药材组成。方中枇杷叶含有多种酚类化合物^[2-3]；百部生物碱类成分能使呼吸中枢兴奋性降低，从而发挥止咳功效^[4]；前胡可加强化痰止咳功效；桔梗多糖可使肺气宣畅，痰液易于排出^[5]；桑白皮黄酮可松弛气管平滑肌，从而起到止咳作用^[6-7]，但枇杷叶栽培品种较多^[8-11]；百部为多基原中药^[12]；前胡受栽培影响，而且习用药材掺伪导致其质量差异较大^[13]；桑白皮存在不同基原崖桑皮（华桑、鸡桑）、拓树根皮、构树根皮掺伪的现象^[14-15]。

目前，关于治咳枇杷露质量控制的研究主要采用TLC法和HPLC法，但仅涉及1~3种成分，不能全面控制全方质量^[16-17]，并且该制剂现行标准未涉及原料药质量控制指标。超高效液相色谱-串联质谱（UPLC-MS/MS）法具有灵敏度高、专属性强等特点，因此本实验采用该方法同时测定治咳枇杷露中绿原酸、桑皮苷A、东莨菪内酯、桑黄酮G、白花前胡甲素、桑根酮C、熊果酸、齐墩果酸、槲皮素、异槲皮苷的含量，并进行化学计量学研究，以期为该制剂质量控制提供技术支撑。

1 材料

1.1 仪器 Agilent 1290 Infinity II-G6460A型超高效液相色谱串联三重四级杆质谱联用仪（美国Agilent公司）；移液枪、Centrifuge 5810R型离心机（德国Eppendorf公司）；BSA323S型电子天平（德国Sartorius公司）。

1.2 试剂与药物 桑皮苷A（批号14821，纯度 $\geq 95.1\%$ ）、槲皮素（批号100081-201610，纯度 $\geq 99.1\%$ ）、熊果酸（批号14953，纯度 $\geq 91.1\%$ ）、东莨菪内酯（批号15690，纯度 $\geq 99.4\%$ ）对照品均由上海诗丹德生物技术有限公司提供；绿原酸（批号RDD-L00701908029，纯度 $\geq 98\%$ ）、异槲皮苷（批号RFS-Y07601904023，纯度 $\geq 98\%$ ）、桑根酮C（批号RDD-S06902008004，纯度 $\geq 97\%$ ）、桑黄酮G（批号RFS-S15102107023，纯度 $\geq 98\%$ ）对照品均由成都瑞芬思丹德生物科技有限公司提供；白花前胡甲素（批号111711-201904，纯度 $\geq 99.4\%$ ）、齐墩果酸（批号110709-202109，纯度 $\geq 98.4\%$ ）对照品均由中国食品药品检定研究院提供。治咳枇杷露购于北京、安徽、湖南、吉林、四

川、重庆、广东、陕西、河北等地（编号C1~C19），具体见表1。甲醇、甲酸、乙腈、乙酸铵均为色谱纯；水为超纯水。

表1 治咳枇杷露信息

Tab. 1 Information of Zhike Pipa Distillate Formula

编号	厂家	批号	来源
C1	Z1	22151056	河北省石家庄市
C2	Z1	22151057	安徽省阜阳市
C3	Z1	23153065	湖南省长沙市
C4	Z1	23153152	北京市大兴区
C5	Z1	23154550	吉林省长春市
C6	Z1	23152916	四川省眉山市
C7	Z2	2209091	四川省成都市
C8	Z2	2209111	四川省成都市
C9	Z2	2212291	重庆市江北区
C10	Z2	2301082	广东省揭阳市
C11	Z2	2302091	陕西省西安市
C12	Z2	2303172	广东省广州市
C13	Z3	2208002	广东省东莞市
C14	Z3	2302007	安徽省阜阳市
C15	Z3	2311010	广东省深圳市
C16	Z4	2212002	安徽省阜阳市
C17	Z4	2302001	河北省保定市
C18	Z4	2302002	四川省成都市
C19	Z4	2305001	北京市丰台区

2 方法与结果

2.1 溶液制备

2.1.1 对照品溶液 精密称取桑皮苷A、异槲皮苷、绿原酸、槲皮素、桑根酮C、桑黄酮G、熊果酸、齐墩果酸、白花前胡甲素、东莨菪内酯对照品适量，置于10 mL量瓶中，甲醇溶解并稀释至刻度，制成质量浓度分别为0.982 4、0.950 6、1.025 1、1.000 9、0.989 4、0.993 7、1.176 1、1.187 0、1.379 9、1.289 2 mg/mL的储备液。精密吸取各储备液适量，置于同一10 mL量瓶中，甲醇定容，摇匀，即得（各成分质量浓度分别9.824、9.506、10.251、10.009、9.894、9.937、11.761、11.870、13.799、10.316 $\mu\text{g/mL}$ ），保存于4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱中。

2.1.2 供试品溶液制备 取本品5 mL，加入5 mL甲醇，摇匀，3 000 r/min离心30 min，取1 mL上清液，转移至10 mL量瓶中，甲醇定容，摇匀，0.22 μm 微孔滤膜过滤，取续滤液，即得。

2.2 色谱条件 Brownlee SPP C₁₈色谱柱（2.1 mm \times 100 mm，2.7 μm ）；流动相水（含5 mmol/L乙酸铵和0.1%甲酸）（A）-乙腈（B），梯度洗脱（负

离子模式, 0~2 min, 90%~85% A; 2~4 min, 85% A; 4~7 min, 85%~30% A; 7~10 min, 30% A; 10~11 min, 30%~90% A; 11~12 min, 90% A。正离子模式, 0~3 min, 90%~70% A; 3~6 min, 70%~30% A; 6~8 min, 30% A; 8~9 min, 30%~20% A; 9~10 min, 20%~90% A; 10~11 min, 90% A); 体积流量 0.3 mL/min; 柱温 35 °C; 进样

量 2 μL。
2.3 质谱条件 电喷雾离子源; 正负离子扫描; 多反应监测模式; 毛细管电压 3 500 V (负离子)、4 000 V (正离子); 干燥气温度 340 °C; 雾化器压力 45 psi (1 psi=6.895 kPa), 气体体积流量 11 L/min。其他参数见表 2。

表 2 各成分质谱参数

Tab. 2 Mass spectrometry parameters for various constituents

成分	保留时间/min	母离子 m/z	子离子 m/z	碎裂电压/V	碰撞能量/eV
绿原酸	1.629	353.0[M-H] ⁻	191.0[M-H-C ₉ H ₈ O ₄] ⁻	90	15
桑皮苷 A	1.372	567.0[M-H] ⁻	242.8[M-H-C ₆ H ₁₀ O ₅] ⁻	120	18
槲皮素	6.483	300.9[M-H] ⁻	151.0[M-H-C ₈ H ₆ O ₃] ⁻	110	15
异槲皮苷	4.928	462.9[M-H] ⁻	299.9[M-H-C ₆ H ₁₀ O ₅] ⁻	140	30
桑黄酮 G	6.246	691.1[M-H] ⁻	365.0[M-H-C ₁₀ H ₁₄ O ₄] ⁻	150	30
白花前胡甲素	7.232	404.0[M+H] ⁺	327.0[M+H-C ₅ H ₈ O ₂] ⁺	75	7
桑根酮 C	6.846	709.1[M+H] ⁺	203.1[M+H-C ₅ H ₈ -C ₂₀ H ₁₈ O ₈] ⁺	110	30
东茛菪内酯	3.008	193.1[M+H] ⁺	178.0[M+H-CH ₃] ⁺	90	20
熊果酸	6.856	457.2[M+H] ⁺	411.4[M+H-CO ₂] ⁺	100	15
齐墩果酸	6.736	457.4[M+H] ⁺	191.1[M+H-CO ₂ -C ₁₃ H ₂₆] ⁺	110	15

2.4 方法学考察

2.4.1 专属性试验 取对照品、供试品、缺桑白皮阴性样品溶液适量, 在“2.2”“2.3”项条件下进样测定, 结果见图 1。由此可知, 阴性无干扰, 表明该方法专属性良好。

2.4.2 线性关系考察 取对照品溶液适量, 在

“2.2”“2.3”项条件下进样测定。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, 并以信噪比 S/N≥3 对应的最低质量浓度为检出限 (LOD), S/N≥10 对应的最低质量浓度为定量限 (LOQ), 结果见表 3, 可知各成分在各自范围内线性关系良好。

表 3 各成分线性关系

Tab. 3 Linear relationships of various constituents

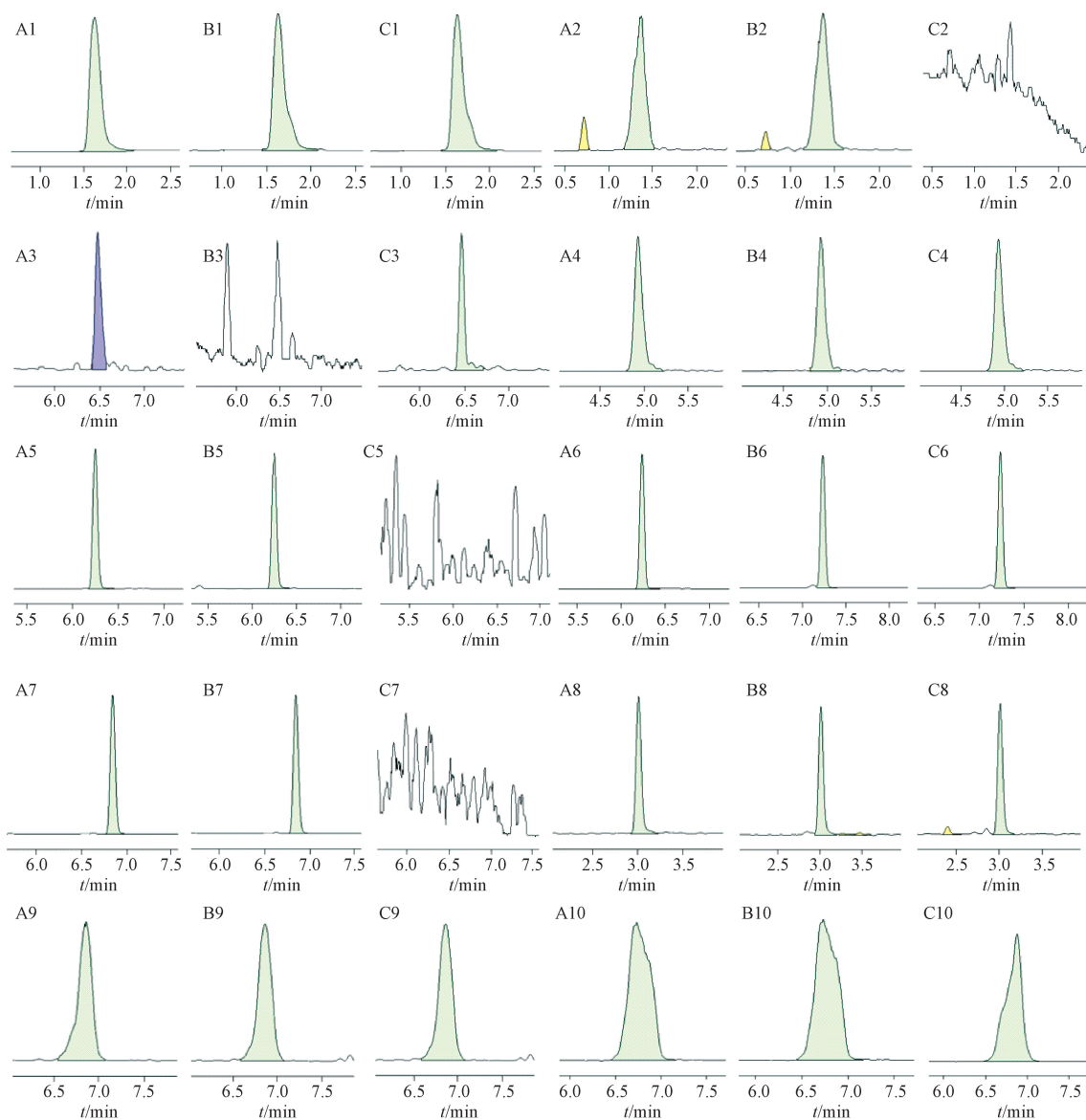
成分	回归方程	R ²	线性范围/(ng·mL ⁻¹)	LOD/(ng·mL ⁻¹)	LOQ/(ng·mL ⁻¹)
绿原酸	Y=7.445X+800.982	0.999 7	153.765~3 075.300	3.4	11.3
桑皮苷 A	Y=0.396X-12.635	0.999 2	58.944~4 715.520	7.1	23.8
槲皮素	Y=7.179X-0.670	0.999 8	0.501~10.009	3.1	10.4
异槲皮苷	Y=17.310X-0.504	0.999 1	3.327~66.542	0.1	0.3
桑黄酮 G	Y=58.312X+47.122	0.999 1	2.981~178.860	0.2	0.6
白花前胡甲素	Y=221.210X+2 589.305	0.999 5	27.598~1 655.880	0.6	1.8
桑根酮 C	Y=14.717X-8.233	0.999 8	0.148~8.905	1.2	4.0
东茛菪内酯	Y=75.355X+45.237	0.999 4	2.578~154.704	0.8	2.6
熊果酸	Y=4.813X-70.147	0.999 9	17.642~1 058.490	4.6	15.4
齐墩果酸	Y=11.382X-171.873	0.999 4	17.805~1 068.300	2.6	8.7

2.4.3 精密性试验 精密吸取“2.1”项下对照品溶液适量, 在“2.2”“2.3”项条件下进样测定 6 次, 测得绿原酸、桑皮苷 A、槲皮素、异槲皮苷、桑黄酮 G、白花前胡甲素、桑根酮 C、东茛菪内酯、熊果酸、齐墩果酸峰面积 RSD 分别为 2.10%、1.74%、2.97%、1.76%、2.13%、0.93%、2.30%、2.07%、0.69%、2.95%, 表明仪器精密性良好。

2.4.4 稳定性试验 取同一份供试品溶液

(C13), 室温下于 0、2、4、8、12、24 h 在“2.2”“2.3”项条件下进样测定, 测得绿原酸、桑皮苷 A、异槲皮苷、桑黄酮 G、白花前胡甲素、桑根酮 C、东茛菪内酯、熊果酸、齐墩果酸峰面积 RSD 分别为 0.16%、0.32%、1.14%、1.33%、0.34%、1.63%、2.67%、0.95%、1.46% (槲皮素未检出), 表明溶液在 24 h 内稳定性良好。

2.4.5 重复性试验 取本品 (C13) 适量, 按



注：A~C 分别为对照品、供试品、缺桑白皮阴性样品。

1. 绿原酸 2. 桑皮苷 A 3. 槲皮素 4. 异槲皮苷 5. 桑黄酮 G 6. 白花前胡甲素 7. 桑根酮 C 8. 东莨菪内酯 9. 熊果酸 10. 齐墩果酸
1. chlorogenic acid 2. mulberroside A 3. quercetin 4. isoquercetin 5. kuwanon G 6. praeruptorin A 7. sanggenon C 8. scopolin 9. ursolic acid 10. oleanolic acid

图 1 各成分提取定量离子色谱图

Fig. 1 Extracted quantitative ion chromatograms of various constituents

“2.1”项下方法平行制备 6 份供试品溶液，在“2.2”“2.3”项条件下进样测定，测得绿原酸、桑皮苷 A、异槲皮苷、桑黄酮 G、白花前胡甲素、桑根酮 C、东莨菪内酯、熊果酸、齐墩果酸含量 RSD 分别为 1.97%、1.35%、2.12%、1.51%、0.71%、1.56%、0.81%、1.33%、1.70%（槲皮素未检出），表明该方法重复性良好。

2.4.6 加样回收率试验 精密吸取本品（C13）5 mL，共 6 份，按 100% 水平加入对照品溶液，按

“2.1”项下方法制备供试品溶液，在“2.2”“2.3”项条件下进样测定，计算回收率。结果，绿原酸、桑皮苷 A、槲皮素、异槲皮苷、桑黄酮 G、白花前胡甲素、桑根酮 C、东莨菪内酯、熊果酸、齐墩果酸平均加样回收率分别为 98.93%、99.36%、98.01%、96.35%、98.95%、96.61%、97.37%、94.78%、106.00%、99.01%，RSD 分别为 3.93%、2.70%、1.18%、2.33%、1.46%、1.42%、1.89%、1.63%、2.66%、1.93%。

2.4.7 样品含量测定 取 19 批样品, 按“2.1” 条件下进样测定, 计算含量, 结果见表 4。
项下方法制备供试品溶液, 在“2.2” “2.3” 项

表 4 各成分含量测定结果 (mg/mL, n=3)

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

编号	绿原酸	桑皮苷 A	槲皮素	异槲皮苷	桑黄酮 G	白花前胡甲素	桑根酮 C	东莨菪内酯	熊果酸	齐墩果酸
C1	43.703	—	0.121	0.468	—	6.425	0.075	0.215	0.821	—
C2	45.078	—	0.094	0.490	—	5.635	0.077	0.193	4.661	2.761
C3	64.530	—	0.129	0.660	—	8.945	0.026	0.257	2.840	—
C4	55.866	—	0.184	0.906	—	5.092	0.088	0.273	2.539	1.590
C5	44.679	—	0.148	0.462	—	6.481	0.040	0.278	1.478	0.983
C6	51.056	—	0.162	0.734	—	14.426	0.099	0.382	1.525	—
C7	52.560	4.588	—	—	—	—	—	—	2.747	1.793
C8	46.086	4.191	—	0.692	—	—	—	—	0.580	0.464
C9	34.613	1.910	—	0.327	—	—	—	—	0.869	0.711
C10	34.825	2.676	0.044	0.340	—	—	—	—	1.413	0.956
C11	13.011	—	—	0.177	—	—	—	—	1.405	0.928
C12	20.293	1.493	—	0.195	—	—	—	—	1.047	0.800
C13	25.737	22.957	—	0.326	2.547	17.605	0.012	0.451	0.923	0.659
C14	24.769	—	—	0.073	—	7.056	0.093	0.246	5.187	3.458
C15	26.271	13.636	—	0.188	0.662	3.055	0.016	0.209	10.273	6.792
C16	25.348	17.192	—	0.539	0.103	0.879	—	0.118	5.570	3.623
C17	22.291	—	—	0.606	—	1.105	—	0.126	—	—
C18	27.453	1.857	—	0.797	0.108	3.211	—	0.229	—	—
C19	10.652	10.346	—	0.315	0.070	1.123	—	0.132	—	—

注: —表示未检出。

2.5 化学计量学研究

2.5.1 聚类分析 采用 SMICA14.1 软件对各成分含量进行分析, 结果见图 2。由此可知, 当欧式距离为 10 时, 19 批样品聚为 4 类, C7~C12 为第 I 类, C16~C19 为第 II 类, C1~C6 为第 III 类, C13~C15 为第 IV 类; 当欧式距离为 20 时, 各批样品聚为 3 类, C7~C12、C16~C19 为第 I 类, C1~C6 为第 II 类, C13~C14 为第 III 类。

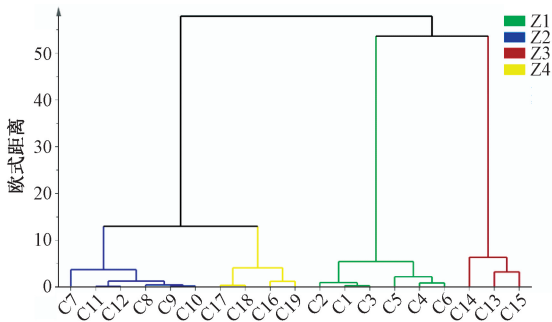


图 2 19 批治咳枇杷露聚类分析图

Fig. 2 Cluster analysis plot for 19 batches of Zhike Pipa Distillate Formula

2.5.2 主成分分析 将各成分含量导入 SPSS 25.0 软件中, 以特征值大于 1 为提取条件, 得到 5 个主成分, 累积方差贡献率达 91.70%。再将上述数据导入 SMICA14.1 软件进行分析, 结果见图 3, 可知 19 批样品分为 3 类, C16~C19、C7~C12 为第 I

类, C1~C6 为第 II 类, C13~C15 为第 III 类, 与聚类分析一致。

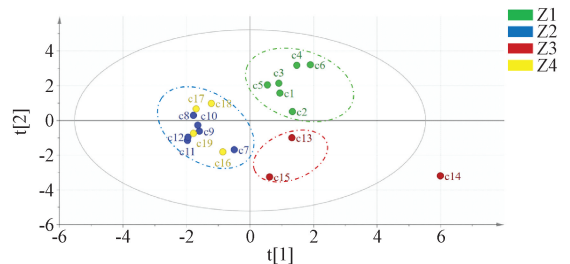


图 3 19 批治咳枇杷露主成分分析得分图

Fig. 3 Score plot for principal component analysis of 19 batches of Zhike Pipa Distillate Formula

2.5.3 正交偏最小二乘判别分析 基于聚类分析, 将各成分含量导入 SIMCA14.1 软件, 经拟合后建立模型, 其累积解释参数 R^2X (自变量矩阵) 为 0.679, R^2Y (因变量矩阵) 为 0.756, 预测能力参数 Q^2 为 0.531, 并且经 200 次置换检验后未显示出拟合现象, 表明模型预测能力良好, 见图 4~5。再以变量重要性投影值 (VIP 值) >1 为标准筛选差异性成分, 共得到 3 种, 分别为异槲皮苷 (VIP 值为 1.27)、绿原酸 (VIP 值为 1.05)、东莨菪内酯 (VIP 值为 1.03)。

3 讨论

研究表明, 熊果酸和齐墩果酸在枇杷叶和桑白

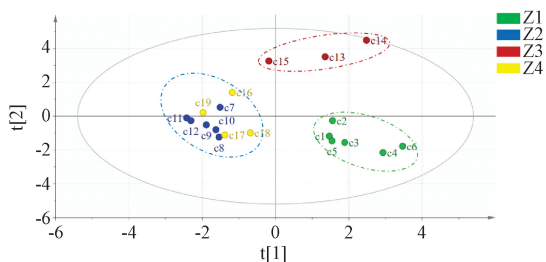


图 4 19 批治咳枇杷露正交偏最小二乘法-判别分析得分图
Fig. 4 Score plot for orthogonal partial least squares-discriminant analysis of 19 batches of Zhike Pipa Distillate Formula

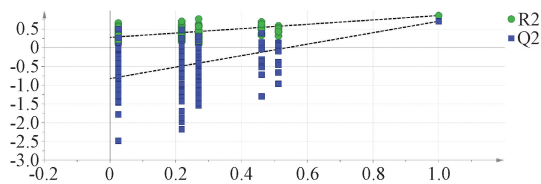


图 5 19 批治咳枇杷露置换检验图
Fig. 5 Replacement test plot for 19 batches of Zhike Pipa Distillate Formula

皮中均有分布,具有抗炎、抗氧化等作用^[17-19];异槲皮苷主要存在于枇杷叶中,具有多种生物活性;白花前胡甲素和东莨菪内酯主要存在于前胡中,具有解表、散风等功效^[20];桑皮苷 A、桑黄酮 G、桑根酮 C 等成分主要存在于桑白皮中,具有清热、利尿等功效^[21];槲皮素和绿原酸在多种药材中均有分布。含量测定结果显示,不同厂家治咳枇杷露中同一成分含量存在一定差异,同一厂家不同批次样品亦然,可能与生产过程中投料不一致或提取工艺波动有关。化学计量学研究结果显示,不同厂家治咳枇杷露中主要差异性成分为东莨菪内酯、槲皮素、桑根酮 C、异槲皮苷、绿原酸、白花前胡甲素。虽然桑皮苷 A 为评价桑白皮质量的主要药效物质,但在部分批次样品中存在缺失情况,可能与原料药质量有关,如以同属植物鸡桑、华桑及同科植物构树、柘树根皮冒充入药等^[22]。因此,需进一步对治咳枇杷露生产工艺进行优化并加强质量控制,以期确保该制剂安全有效。

4 结论

本实验建立 UPLC-MS/MS 法同时测定治咳枇杷露中绿原酸、桑皮苷 A、东莨菪内酯、桑黄酮 G、白花前胡甲素、桑根酮 C、熊果酸、齐墩果酸、槲皮素、异槲皮苷的含量,并进行化学计量学研究,该方法高效快速,准确可靠,可为该制剂质量控制提供技术支撑。

参考文献:

- [1] 中华人民共和国卫生部药典委员会. 中华人民共和国卫生部药品标准(中药成方制剂 第二十册) [S]. 1998: 172.
- [2] 俞一冰, 祝一凡, 杨晓雨, 等. 药食同源枇杷叶的功效活性及应用研究[J]. 食品工业, 2023, 44(8): 335-339.
- [3] Xiao S Q, Wang W, Liu Y. Research progress on extraction and separation of active components from loquat leaves[J]. Separation, 2023, 10(2): 126.
- [4] Xu Y T, Shaw P C, Jiang R W, et al. Antitussive and central respiratory depressant effects of *Stemona tuberosa* [J]. J Ethnopharmacol, 2010, 128(3): 679-684.
- [5] Chen J X, Ji X L, Du X, et al. Research progress on structure and bioactivity of polysaccharides from *Platycodon grandiflorum* [J]. Starch/Staerke, 2024, 77(2): 2400086.
- [6] 万涛. 桑白皮汤加减治疗慢阻肺急性加重期痰热壅肺型患者的临床效果观察[J]. 中国现代药物应用, 2024, 18(23): 127-130.
- [7] Xu X K, Chen Z Y, Liao L P, et al. Determination of scopolin, chlorogenic acid, scopoletin, isochlorogenic acid A, isochlorogenic acid B and isochlorogenic acid C in plants of *Erycibe* [J]. China J Chin Mater Med, 2015, 40(6): 1119-1122.
- [8] 高伟城, 王小平, 陈荣珠, 等. 基于化学模式识别和熵权 TOPSIS 法不同品种枇杷叶品质分析研究[J]. 甘肃中医药大学学报, 2023, 40(5): 33-39.
- [9] 林素英, 林毅鑫, 林清华, 等. 不同品种枇杷叶挥发油成分分析[J]. 莆田学院学报, 2020, 27(2): 71-76.
- [10] 王洋, 汪兰, 李怡诺, 等. 基于主要功能成分含量的不同品种枇杷叶评价[J]. 食品工业科技, 2021, 42(14): 93-98.
- [11] Chen F X, Liu X H, Chen L S. Developmental changes in pulp organic acid concentration and activities of acid-metabolising enzymes during the fruit development of two loquat (*Eriobotrya japonica* Lindl.) cultivars differing in fruit acidity [J]. Food Chem, 2009, 114(2): 657-664.
- [12] 许刚, 安莉, 王晓梅, 等. 经典名方中百部的本草考证[J]. 中国实验方剂学杂志, 2025, 31(21): 241-251.
- [13] 田莹莹, 谢茵, 黄斌, 等. 基于 UPLC 指纹图谱及多指标成分含量测定的前胡真伪鉴别和质量评价研究[J]. 中药材, 2025, 48(3): 694-699.
- [14] 郭瑀, 徐广, 罗舜, 等. 不同栽培型白花前胡质量形成的代谢组学研究[J]. 中国中药杂志, 2024, 49(3): 681-690.
- [15] 成胜荣, 欧阳臻, 詹志来, 等. 桑白皮的本草考证[J]. 中国野生植物资源, 2021, 40(4): 70-76.
- [16] 张婷. 治咳枇杷露的质量标准研究[J]. 安徽医药, 2015, 19(2): 272-275.
- [17] 邹盛勤, 刘红卫. 反相高效液相色谱法测定治咳枇杷露中乌索酸的含量[J]. 贵州师范大学学报(自然科学版), 2006, 24(1): 52-54; 112.
- [18] 王慧敏, 马钢华, 朱博荣, 等. 枇杷叶中活性五环三萜酸组分富集及测定[J]. 中成药, 2021, 43(11): 3075-3081.

- [19] 杨昱斌, 范欣生, 周丽萍, 等. 桑白皮及其相关方剂治疗呼吸系统疾病的研究进展[J]. 中国实验方剂学杂志, 2022, 28(19): 241-249.
- [20] 邱明鸣, 朱育凤, 倪昌荣. 高效液相色谱法同时测定前胡药材中白花前胡甲素和白花前胡乙素含量[J]. 中国药业, 2022, 31(11): 70-73.
- [21] 张嘉欣, 朱 珠, 孙念霞, 等. 桑白皮化学成分、药理作用研究进展及其质量标志物预测[J]. 中草药, 2025, 56(9): 3340-3353.
- [22] 王 苗, 周德来, 许晓辉, 等. UPLC-MS/MS法同时测定桑白皮中11种成分的含量[J]. 中成药, 2024, 46(10): 3207-3212.

基于 HPLC 指纹图谱、含量测定和化学模式识别评价卷丹质量

龚秀娟¹, 刘泽湘¹, 蒋林芳¹, 杨康怡¹, 姜 晓¹, 王志辉¹, 童巧珍^{1,2,3*}

(1. 湖南中医药大学药学院, 湖南长沙 410208; 2. 湘产大宗道地药材种质资源及规范化种植重点研究室, 湖南长沙 410208; 3. 湖南省普通高等学校中药现代化研究重点实验室, 湖南长沙 410208)

摘要: 目的 评价卷丹质量。方法 建立 HPLC 指纹图谱。以王百合苷 A 为内标, 计算王百合苷 E、阿魏酸、王百合苷 B 相对校正因子, 一测多评法测定其含量。再进行聚类分析、主成分分析、正交偏最小二乘判别分析。结果 27 批样品指纹图谱中有 11 个共有峰, 相似度 0.894~1.000, 指出 4 个。4 种成分在各自范围内线性关系良好 ($R^2 \geq 0.9990$), 平均加样回收率 80.88%~107.34%, RSD 0.46%~4.80%, 一测多评法所得结果与外标法接近。各批样品聚为 3 类, 3 个主成分累积方差贡献率为 76.081%, 王百合苷 A、王百合苷 E、阿魏酸、王百合苷 B 为质量差异标志物。结论 该方法稳定灵敏, 可为综合评价卷丹质量提供参考。

关键词: 卷丹; 质量评价; HPLC 指纹图谱; 含量测定; 聚类分析; 主成分分析; 正交偏最小二乘判别分析; 一测多评

中图分类号: R282 文献标志码: A 文章编号: 1001-1528(2026)03-0733-07

doi: 10.3969/j.issn.1001-1528.2026.03.004

Quality evaluation of *Lilium lancifolium* based on HPLC fingerprints, content determination and chemical pattern recognition

GONG Xiu-juan¹, LIU Ze-xiang¹, JIANG Lin-fang¹, YANG Kang-yi¹, JIANG Xiao¹,
WANG Zhi-hui¹, TONG Qiao-zhen^{1,2,3*}

(1. College of Pharmacy, Hunan University of Chinese Medicine, Changsha 410208, China; 2. Key Research Laboratory for Germplasm Resources and Standardized Planting of Genuine Regional Medicinal Materials Produced in Hunan Province, Changsha 410208, China; 3. Key Laboratory for Modernization Research of Traditional Chinese Medicines in Ordinary Higher Education Institutions of Hunan Province, Changsha 410208, China)

KEY WORDS: *Lilium lancifolium* Thunb.; quality evaluation; HPLC fingerprints; content determination; cluster analysis; principal component analysis; orthogonal partial least squares discriminant analysis; quantitative analysis of multi-components by single-marker (QAMS)

卷丹为 2025 年版《中国药典》收载的药用百合基原之一, 具有养阴润肺、清心安神等功效^[1], 近年来随着市场需求增加, 其种植区域扩展至我国

多个省份, 但因地理环境、栽培技术、采收加工方法各异, 不同产地该药材在外观性状、化学成分、药效活性等方面差异显著^[2], 市售品质量参差不

收稿日期: 2025-10-28

基金项目: 国家中药材产业技术体系食用百合龙山综合试验站资助项目 (CARS-21); “刘良院士工作站” 指导项目 (25YS002); 湖南省教育厅大学生创新项目 (2024CX177)

作者简介: 龚秀娟 (2000—), 女, 硕士, 研究方向为中药资源质量评价与开发利用。E-mail: 1324583462@qq.com

* 通信作者: 童巧珍 (1972—), 女, 博士, 教授, 博士生导师, 研究方向为中药栽培及其资源质量评价。E-mail: 410849649@qq.com