

五灵脂炮制前后指纹图谱及含量测定比较

陈莹^{1,3} 聂晶³ 龙小艳^{1,3} 向阳² 黄志军¹

(1 武汉理工大学, 武汉, 430070; 2 健民药业集团股份有限公司, 武汉, 430052; 3 湖北省药品监督检验研究院, 武汉, 430075)

摘要 目的: 建立五灵脂及其炮制品指纹图谱, 并对主要指标成分穗花杉双黄酮和扁柏双黄酮进行定量测定。方法: 采用 HPLC 色谱法, Agilent extend-C18 柱(4.6 mm×250 mm, 5 μm), 流动相为乙腈-0.1% 甲酸, 梯度洗脱, 柱温 30 ℃, 检测波长 335 nm, 建立五灵脂及其炮制品指纹图谱, 采用指纹相似度软件进行分析, 并对 2 个主要色谱峰进行含量分析。结果: 醋五灵脂、酒五灵脂、清炒五灵脂与五灵脂生品指纹图谱和含量测定结果基本一致, 炭炒五灵脂较五灵脂生品新增 2 个峰, 且穗花杉双黄酮和扁柏双黄酮含量相对减少。结论: 所建立的指纹图谱精密性、重复性、稳定性良好, 含量测定方法准确率达到要求, 对五灵脂及其炮制品的质量评价和炮制原理研究有提供依据。

关键词 五灵脂; 炮制品; 指纹图谱; 双黄酮; 含量测定; 高效液相色谱法

Comparison of Fingerprint and Content Test of Faeces Trogopterori before and after Processing

Chen Ying^{1,3}, Nie Jing³, Long Xiaoyan^{1,3}, Xiang Yang², Huang Zhijun¹

(1 Wuhan University of Technology, Wuhan 430070, China; 2 Jianmin Pharmaceutical Groups Co. Ltd., Wuhan 430052, China; 3 Hubei Institute for Drug Control, Wuhan 430075, China)

Abstract Objective: To establish the fingerprint of Faeces Trogopterori and its processed products, and to quantitative analyze the amentoflavone and hinokiflavone. **Methods:** HPLC (High Performance Liquid Chromatography), Agilent extend-C18 column (4.6 mm×250 mm, 5 μm), mobile phase of acetonitrile-0.1% formic acid, gradient elution, column temperature 30 ℃, and detection wavelength 335 nm were established for a fingerprint of Faeces Trogopterori and its processed products. The fingerprints were analyzed by fingerprint similarity software, as well as the contents of two major chromatographic peaks. **Results:** The fingerprints and content results of vinegar Faeces Trogopterori, wine Faeces Trogopterori, fried Faeces Trogopterori and Faeces Trogopterori were basically the same. The charcoally fried Faeces Trogopterori added 2 peaks to vinegar Faeces Trogopterori, and the contents of amentoflavone and hinokiflavone were relatively reduced. **Conclusion:** The precision, repeatability and stability of the established fingerprints were good, and the accuracy of the content determination method met the analysis requirements. It provided a basis for the quality evaluation of Faeces Trogopterori processed products and its processing principle.

Key Words Faeces Trogopterori; Different proceed products; HPLC fingerprint; Biflavonoid; Quantitative analysis; HPLC

中图分类号: R283 文献标识码: A doi: 10.3969/j.issn.1673-7202.2018.12.054

五灵脂为鼯鼠科动物复齿鼯鼠(*Trogopterus xanthipes* Milne-Edwards)的干燥粪便^[1], 咸、甘、温, 归肝经, 具有活血、散瘀、止痛功效, 主要用于治疗痛经、血瘀经闭、胃溃疡、蛇虫咬伤等症状。五灵脂主要含有氮类、三萜类、黄酮类、有机酸类、木质素类等成分^[2]。五灵脂多为人工饲养鼯鼠收集粪便而得, 陕西省商洛地区复齿鼯鼠养殖已成规模^[3]。五灵脂的炮制方法包括 4 种: 醋制、炒制、制炭、酒制, 以醋制居多, 2015 年《中华人民共和国药典》收录的以醋五灵脂投药有 7 味^[1], 以小金胶囊、小金丸、小金片等为主。五灵脂醋制能矫臭矫味, 引药入肝, 增加活血止痛功能^[4]。闵凡印以浸出物和尿素含量为指标研究五灵脂炮制方法发现, 醋拌匀闷一定时间 0.5 h

再炒至微干的方法, 去除原药异味, 药材外观等方面均优于一于其他方法^[5]。吴用琼和李江东对传统醋炙、酒炙五灵脂炮制方法进行改进, 研制出醋酒炙法, 以降低不良反应, 去除五灵脂的腥臊臭味^[6-7]。

刘文桢对比五灵脂及其炮制品微量元素含量进行比较, 发现炮制后五灵脂可降低原药材中铝的含量而减少毒性^[8], 但未对不同炮制品的 HPLC 指纹图谱进行比较。本实验采用 HPLC 法对五灵脂生品及其炮制品进行研究, 建立五灵脂生品及其炮制品指纹图谱, 并对五灵脂中穗花杉双黄酮及扁柏双黄酮进行含量测定, 用以比较五灵脂生品及炮制品, 阐明炮制对五灵脂化学成分的影响, 为小金胶囊等中含醋五灵脂的制剂化学成分研究做铺垫。

基金项目: 2016 年国家中医药管理局中药标准化行动计划(ZYBZH-C-HUB-20)——小金胶囊标准化建设

作者简介: 陈莹(1993.06—), 女, 硕士研究生, 学生, 研究方向: 中药学研究, E-mail: 1171140183@qq.com

通信作者: 黄志军(1972.06—), 男, 博士, 副教授, 研究方向: 天然药物及其活性研究, Tel: (027)84520229, E-mail: 452354589@qq.com

1 仪器与试药

1.1 仪器 DIONEX U3000 液相色谱仪(美国戴安),超声波仪(LC-350 A 型,济宁中区鲁超仪器公司),电子分析天平(XS 204 型、XP204 型,梅特勒-托利多仪器有限公司),电热恒温水浴锅(北京市永光明医疗仪器厂),密封型手提式粉碎机(CLF-40 型,浙江温岭市创力药用植物器械厂),Millipore 超纯水机。

1.2 试药 穗花杉双黄酮对照品(中国食品药品检定研究院,批号:111902-201102)、扁柏双黄酮对照品(成都瑞芬思生物科技有限公司,批号:B-051-B-16026)、黄酒(北京二商王致和食品有限公司,批号:20180114)、米醋(山西来福老陈醋股份有限公司,批号:20180209)、乙腈为色谱纯(默克股份两合公司)、甲酸为质谱级,水为 Millipore 超纯水、其他均为分析纯。

1.3 分析样品

1.3.1 五灵脂生品 17 批五灵脂药材均来自于陕西商洛养殖基地,经肖凌副主任药师鉴定为鼯鼠科动物复齿鼯鼠(*Trogopterus xanthipes Milne-Edwards*)的干燥粪便,药材来源及批次见表 1。

1.3.2 五灵脂炮制品 取前 10 批生品五灵脂进行炮制,具体炮制方法如下:醋五灵脂:醋拌匀闷一定时间(约 0.5 h 后)再炒至微干,每 100 kg 五灵脂,用醋 15 kg^[5],对应醋五灵脂编号为 C1、C2、C3、C4、C5、C6、C7、C8、C9、C10。

酒五灵脂:同醋五灵脂,对应酒五灵脂编号为 J1、J2、J3、J4、J5、J6、J7、J8、J9、J10。

清炒五灵脂:取五灵脂用火文火炒至焦斑,或微黑色,放冷即可,对应炒五灵脂编号为 Q1、Q2、Q3、Q4、Q5、Q6、Q7、Q8、Q9、Q10。

炭制五灵脂:取净五灵脂置锅内用中火炒至黑色存性为度,取出,放凉即可,对应炭五灵脂编号为 T1、T2、T3、T4、T5、T6、T7、T8、T9、T10。

表 1 五灵脂批次

编号	批号	规格	编号	批号	规格
S-1	170713	生品	S-10	170601	生品
S-2	B703301	生品	S-11	170801	生品
S-3	180122	生品	S-12	170913	生品
S-4	171002	生品	S-13	171207	生品
S-5	170102	生品	S-14	171203	生品
S-6	170901	生品	S-15	180125	生品
S-7	170815	生品	S-16	180226	生品
S-8	180113	生品	S-17	160325	生品
S-9	171015	生品			

2 方法与结果

2.1 色谱条件 色谱柱 Agilent extend-C18(4.6 × 250 mm,5 μm);以乙腈(A)-0.1% 甲酸(B)为流动相梯度洗脱,0 ~ 15 min,15% ~ 24% A,15 ~ 20 min,24% ~ 45% A,20 ~ 40 min,45% ~ 50% A,40 ~ 50 min,50% ~ 90% A,50 ~ 55 min,90% ~ 15% A,55 ~ 60 min,15% A;流速 1.0 mL/min;柱温 30 ℃;检测波长 335 nm;进样 10 μL。

2.2 对照品溶液制备 精密称取穗花杉双黄酮、扁柏双黄酮各约 5 mg,穗花杉双黄酮加甲醇溶解并定容至 10 mL,制成每 1 mL 含 0.479 9 mg 穗花杉双黄酮储备液,扁柏双黄酮加 1 mL 二甲基亚砷先溶解再加甲醇定容至 10 mL,制成每 1 mL 含 0.5060 mg 扁柏双黄酮储备液。

2.3 供试品溶液制备 取五灵脂样品粉末(过 3 号筛)约 1 g,精密称定,分别置圆底烧瓶中,加 90% 甲醇 50 mL,称重,回流提取 30 min,放冷,再称定重量,用 90% 甲醇溶液补足减失重量,滤过,滤液经微孔滤膜(0.45 μm)滤过,即得。

2.4 五灵脂不同炮制品指纹图谱建立

2.4.1 精密度试验 取同一批号五灵脂生品及炮制品,按“2.2.2”方法制备供试品,照“2.1”色谱条件连续进样 6 次,记录色谱图。结果表明,以 5 号峰为参照峰,9 个共有峰(如图 1)的相对保留时间 RSD 均小于 0.05%,相对峰面积 RSD 均小于 3.0%,表明仪器精密密度良好。

2.4.2 稳定性试验 取同一批号五灵脂生品及炮制品,按“2.3”方法制备供试品,照“2.1”色谱条件进样分析,在 0、6、12、24、36、48 h 测定,记录色谱图。结果表明,以 5 号峰为参照峰,48 h 内 6 次进样所得图谱的 9 个共有峰的相对保留时间 RSD 均小于 0.14%,相对峰面积 RSD 均小于 3.78%,表明供试品溶液在 48 h 内较稳定。

2.5 重复性试验 取同一批号五灵脂生品及炮制品各 6 份,按“2.3”方法制备供试品,照“2.1”色谱条件进样分析,记录色谱图。结果表明,以 5 号峰为参照峰,9 个共有峰的相对保留时间 RSD 均小于 0.05%,相对峰面积 RSD 均小于 3.4%,表明重复性良好。

2.6 五灵脂不同炮制品指纹图谱建立及相似度评价 将 17 批五灵脂生品及 40 批不同炮制品的色谱图批样导入《中药色谱指纹图谱相似度评价体系》2012 版软件进行相似度评价,以批号 170713 的生品或炮制品五灵脂为参照图谱,采用中位数对照图谱

生成法,时间窗口宽度为 0.5 min,经多点校正后自动匹配显示五灵脂生品、醋五灵脂、酒五灵脂、炒五灵脂均检出 9 个主要色谱峰,炭炒五灵脂显示 11 个主要色谱峰,在保留时间 13.35 min、24.89 min 处新增 T1、T2 2 个峰,2、3、4、5 峰的峰面积显著降低,其中 5、8 号峰分别为穗花杉双黄酮和扁柏双黄酮。见图 1、图 2。由软件可以计算各样品指纹图谱与生成的对照图谱的相似性系数,生品五灵脂相似度在 0.959 ~ 0.999 之间。醋五灵脂相似度在 0.963 ~ 0.999 之间,酒五灵脂相似度在 0.977 ~ 0.999,炒五灵脂相似度在 0.966 ~ 0.999,炭五灵脂相似度在 0.967 ~ 0.997,表明每种炮制品检出成分较为稳定,差别较小。

2.7 五灵脂不同炮制品中穗花杉双黄酮和扁柏双黄酮含量测定

2.7.1 线性关系考察

取上述同等量穗花杉双黄酮、扁柏双黄酮储备液分别 100 μL 、100 μL 、100 μL 、250 μL 、500 μL 、1 mL,加甲醇稀释定容至 100 mL、50 mL、25 mL、25 mL、25 mL,摇匀,各精密吸取 10 μL ,按上述色谱条件测定。以进样量(X:ng)和峰积分面积(Y:微伏 * s)进行线性回归,得穗花杉双黄酮回归方程 $Y = 0.0138X + 0.0036$, $R = 0.9992$;扁柏双黄酮回归方程 $Y = 0.0134X + 0.0046$, $R = 0.9995$,结果表明,穗花杉双黄酮进样量在 4.799 ng ~ 479.9 ng 的范围内线性关系良好,扁柏双黄酮进样量在 5.060 ~ 506.0 ng 的范围内线性关系良好。

2.7.2 重复性试验

取同一批五灵脂粉末 6 份,按“2.3”制备供试品溶液,记录峰面积,计算含量,结果表明该方法重复性良好,穗花杉双黄酮 RSD 为 1.73%,扁柏双黄酮 RSD 为 1.16%。

2.7.3 稳定性试验

取同一批供试品溶液,分别于 0、6、12、24、36、48 h 进样 10 μL ,测定峰面积,计算含量,穗花杉双黄酮 RSD 为 2.23%,扁柏双黄酮 RSD 为 0.90%。

2.7.4 准确度试验

取已知含量的五灵脂粉末 6 份,约 0.5 g,精密称定,精密加入穗花杉双黄酮对照品储备液 0.5 mL、扁柏双黄酮对照品储备液 0.5 mL,按供试品制备方法制备样品,测定峰面积,计算回收率。穗花杉双黄酮和扁柏双黄酮回收率分别为 92.92%、103.26%,RSD 值分别为 1.24%、1.89%。

2.7.5 样品含量测定

取所有样品,按照“2.3”条方法制备供试溶液,在“2.1”色谱条件下进行分析,记录峰面积,采用外标法计算穗花杉双黄酮(SHS)和扁柏双黄酮(BB)含量。结果见表 2,S、C、J、Q、T

代表不同炮制方法;1、2、3、4、5 等代表样品编号。生品五灵脂穗花杉双黄酮含量范围 0.0266% ~ 0.0516%,扁柏双黄酮含量范围 0.0443% ~ 0.0804%;醋制品五灵脂穗花杉双黄酮含量范围

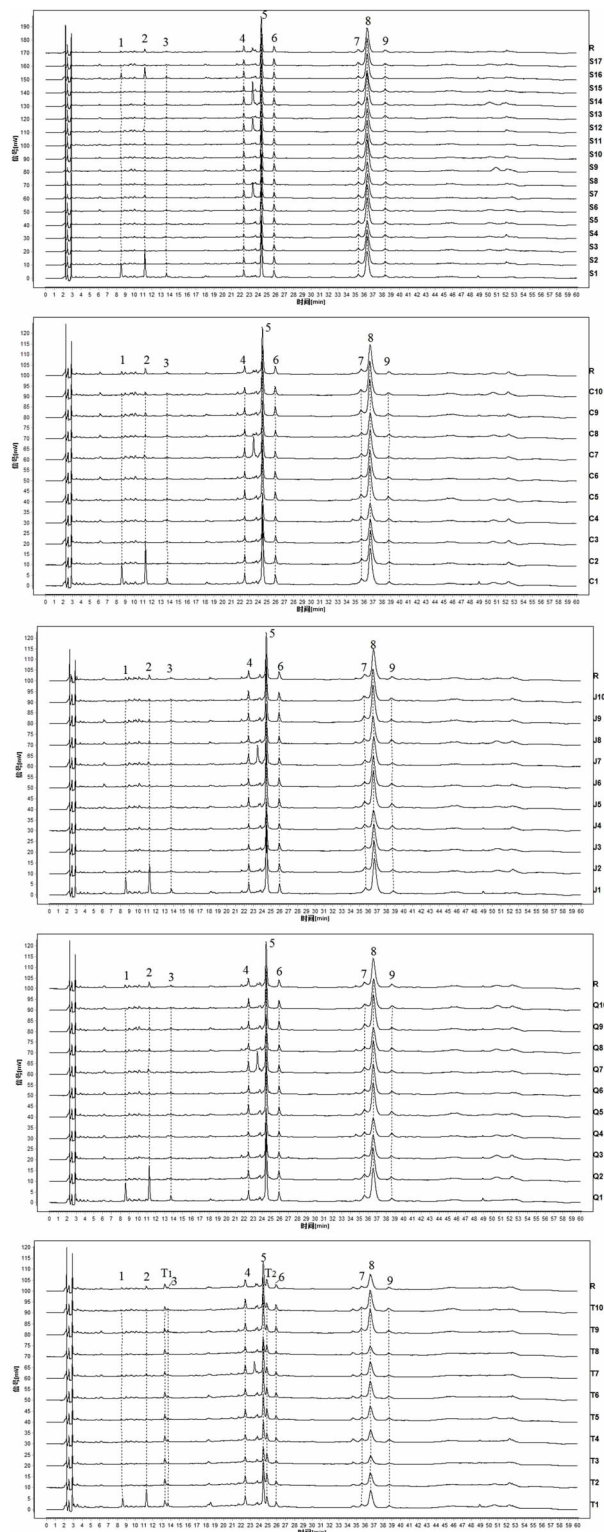


图 1 五灵脂生品

注:(A)醋五灵脂(B)酒五灵脂(C)清炒五灵脂(D)炭炒五灵脂(E)指纹图谱共有模式

表 2 五灵脂中穗花杉双黄酮和扁柏双黄酮百分含量测定结果(%)

编号	生五灵脂				醋五灵脂		酒五灵脂		炒五灵脂		炭五灵脂	
	SHS	BB	SHS	BB	SHS	BB	SHS	BB	SHS	BB	SHS	BB
1(11)	0.0494	0.0678	0.0390	0.0644	0.0529	0.0718	0.0512	0.0744	0.0494	0.0702	0.0263	0.0339
2(12)	0.0472	0.0734	0.0477	0.0644	0.0431	0.0676	0.0418	0.0658	0.0413	0.0650	0.0167	0.0237
3(13)	0.0346	0.0550	0.0344	0.0563	0.0322	0.0462	0.0331	0.0543	0.0299	0.0477	0.0109	0.0158
4(14)	0.0266	0.0443	0.0516	0.0804	0.0238	0.0353	0.0247	0.0363	0.0230	0.0358	0.0140	0.0223
5(15)	0.0440	0.0739	0.0337	0.0544	0.0410	0.0649	0.0456	0.0775	0.0398	0.0682	0.0164	0.0272
6(16)	0.0432	0.0687	0.0450	0.0727	0.0384	0.0588	0.0393	0.0654	0.0370	0.0613	0.0192	0.0323
7(17)	0.0480	0.0645	0.0480	0.0657	0.0512	0.0595	0.0460	0.0588	0.0516	0.0645	0.0214	0.0284
8	0.0345	0.0564			0.0326	0.0516	0.0325	0.0523	0.0314	0.0475	0.0109	0.0163
9	0.0347	0.0567			0.0437	0.0743	0.0449	0.0743	0.0422	0.0695	0.0269	0.0481
10	0.0376	0.0632			0.0423	0.0715	0.0398	0.0649	0.0362	0.0592	0.0234	0.0417

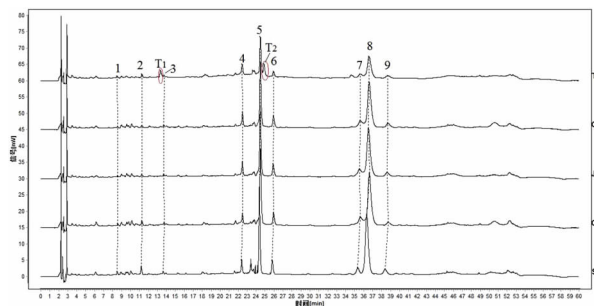


图 2 不同炮制品 HPLC 指纹图谱

注:5:穗花杉双黄酮,8:扁柏双黄酮,S:生五灵脂 HPLC 指纹图共有模式、C:醋五灵脂、J:五灵脂、Q:清炒五灵脂、T:炭炒五灵脂

0.0238% ~ 0.0529%, 扁柏双黄酮含量范围 0.0353% ~ 0.0718%; 酒制品穗花杉双黄酮含量范围 0.0247% ~ 0.0512%, 扁柏双黄酮含量范围 0.0363% ~ 0.0744%; 清炒五灵脂穗花杉双黄酮含量范围 0.0230% ~ 0.0494%, 扁柏双黄酮含量范围 0.0358% ~ 0.0702%, 炭炒五灵脂穗花杉双黄酮含量范围 0.0109% ~ 0.0269%, 扁柏双黄酮含量范围 0.0158% ~ 0.0481%。由含量结果表明,炭制对五灵脂中穗花杉双黄酮和扁柏双黄酮含量影响最为明显,表现显著降低;而其他炮制方法对穗花杉双黄酮和扁柏双黄酮含量影响不明显。

3 讨论

3.1 提取条件的考察 实验比较了超声和回流 2 种提取方式发现回流提取效率高;回流提取时间考察了 30 min、1 h、2 h、3 h,结果表明,回流 30 min 后指标性成分无明显增加;比较乙酸乙酯、乙醇、甲醇、90% 甲醇、80% 甲醇等提取溶剂,结果 90% 甲醇提取穗花杉双黄酮、扁柏双黄酮效率最高,提取溶剂用量选择发现 50 mL 90% 甲醇提取较完全,故确定最佳提取条件为 50 mL 90% 甲醇回流提取 30 min。

3.2 指纹图谱分析 实验发现醋制、酒制、清炒五灵脂与生品五灵脂 HPLC 指纹图谱相差不大,但通

过气味发现,醋制、酒制后减少了五灵脂腥臊恶臭味,说明醋制、酒制、清炒对五灵脂的紫外吸收成分无明显影响,但对挥发性成分影响较大,有待进一步分析不同炮制品挥发性成分。炭炒五灵脂与生品五灵脂 HPLC 指纹图谱差别较大,且有紫外吸收的成分含量明显减少,可能与炮制温度和时间有关,炭制温度较高,且时间较长,导致化学成分发生变性,含量降低。

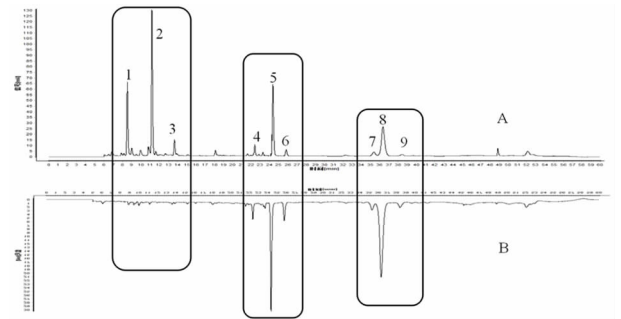


图 3 侧柏叶

注:(A)五灵脂、(B)色谱图

3.3 食物相关性 将五灵脂色谱图与侧柏叶色谱图比较发现,如图 3 所示,五灵脂 9 个共有峰均来自于侧柏叶,为原形代谢产物,以穗花杉双黄酮和扁柏双黄酮含量最高,据报道穗花杉双黄酮和扁柏双黄酮有很强生物活性,有抗炎、抗氧化、抗病毒、抗肿瘤作用^[9],可能为五灵脂的活血成分之一。实验发现批号为 170713 和 160325 的五灵脂较其他批号五灵脂前 3 个峰较为明显。见图 1 中 A 图 S1、S13。与复齿鼯鼠的饲料侧柏叶色谱图比较发现,这 3 个峰按色谱图出峰顺序分别为杨梅苷、槲皮苷、山奈素-3-鼠李糖^[10],表明此批号对应复齿鼯鼠的吸收能力较其他批号差,具体对五灵脂活血活性影响有待考察。通过色谱图比较可以大致区别侧柏叶和五灵脂,侧柏叶以 2 号峰(槲皮苷)为主,而五灵脂以 5 号

(下接第 3189 页)

研究中,目前的主流研究方法是采用 HPLC 进行^[20-21],本研究采用 TLC 与 HPLC 2 种方法相结合的方式,对复方鱼腥草胶囊中连翘苷和黄芩苷进行含量检测。复方鱼腥草胶囊的清热解毒功效好,它是植根于深厚的中医药传统理论基础,同时结合丰富的临床实践经验而被研发出来的中药复方制剂,在当今存在“抗生素类药物滥用”的情况下,《中华人民共和国药典》收录复方鱼腥草胶囊的这一举措,关注及肯定复方鱼腥草胶囊在临床的广泛适用性和部分替代抗生素的治疗价值的。研究中为控制复方鱼腥草胶囊的药物质量的安全性,在对连翘苷和黄芩苷含量检测之前,首先采用薄层色谱法结合处方药味所含化学成分及药理学活性,对连翘中的连翘苷、黄芩中的黄芩苷等进行了定性鉴别,研究结果显示 3 批不同的测试样本的色谱斑点清晰,重现性好,空白均无出现干扰;接着应用多元指纹图谱分析测定了复方鱼腥草胶囊制剂中连翘苷、黄芩苷的含量,本研究结果显示样品 1 连翘苷含量 0.51 mg, *RSD* 为 1.72%,黄芩苷含量 14.6 mg, *RSD* 为 4.95%;而样品 2 连翘苷 0.50 mg, *RSD* 为 1.69%,黄芩苷含量 14.3 mg, *RSD* 为 4.92%;2 组复方鱼腥草胶囊样品中连翘苷和黄芩苷的含量差异无统计学意义。

参考文献

- [1] 滑先东. 基于 JAK/STAT-SOCS 通路的复方鱼腥草对糖尿病肾损伤的干预作用及机制研究[D]. 上海:上海中医药大学,2015.
- [2] 张彦洁. 复方鱼腥草合剂联合头孢克洛对肺炎患儿症状缓解及生化指标的影响[J]. 临床医学,2016,36(12):120-121.
- [3] 刘泽静,薛生玲,夏雪,等. 鱼腥草不同部位生物活性物质和抗氧化能力分析[J]. 浙江农业学报,2016,28(6):992-998.
- [4] 李雪,严全鸿. 有关鱼腥草素钠与合成鱼腥草素质量标准的探析[J]. 中国药品标准,2016,17(1):15-18.
- [5] 李锐,黄依玲. HPLC 同时测定复方鱼腥草合剂中绿原酸黄芩苷

- 和汉黄芩素的含量[J]. 解放军药学报,2015,31(4):341-343.
- [6] 刘莹,邓安珺,李喜凤,等. 粉防己专属性对照物质的研究[J]. 中国中药杂志,2009,34(15):1943-1948.
- [7] 秦海林,李志宏,王鹏,等. 黄连专属性对照物质及其指纹图谱的创建[J]. 中国医学科学院学报,2004,26(6):622-627.
- [8] 陈祥胜,容艳芬,刘苗苗,等. 苍术麸炒前后的专属性 HPLC 特征指纹图谱[J]. 中国实验方剂学杂志,2016,22(19):23-26.
- [9] 李万娟,郭艳玲,商春丽,等. 北苍术苍术素、苍术酮、 β -桉叶醇测定及特征图谱研究[J]. 中草药,2016,47(2):330-335.
- [10] 封淑华,胡伟杰,赵志军,等. 含单味药材参类保健食品功效成分测定方法的专属性研究[J]. 中国药业,2012,21(16):39-41.
- [11] 宋光华,严莉容,孔祥瑞,等. HPLC 测定氢溴酸沃赛汀中的有关物质[J]. 华西药杂志,2017,32(6):643-645.
- [12] 纪海莹,洪阁,苏喆,等. RP-HPLC 法测定四取代四苯基卟啉衍生物的含量[J]. 中国药房,2016,27(9):1254-1256.
- [13] 邓勇,张杰良,王兰英,等. 薄层色谱法分析不同虫草多糖的单糖组成[J]. 药物分析杂志,2018,38(1):13-21.
- [14] 姚令文,石岩,孙冬梅,等. 人工牛黄薄层指纹图谱多元图像分析及化学计量学研究[J]. 中国中药杂志,2017,42(11):2117-2122.
- [15] 陈媛,邹献武,黄洛华,等. 10 批次伪品沉香鉴别方法的相关性[J]. 林业科学,2017,53(4):113-120.
- [16] 木尼热·阿布都艾尼,吐尔洪·买买提,博塔·拜合提汗,等. 中空纤维三相液相微萃取-薄层色谱分离同步荧光法测定酱油中的色胺含量[J]. 分析测试学报,2017,36(1):86-90.
- [17] 朱迪,谭丹,谢玉敏,等. 不同产地天麻药材薄层色谱指纹图谱分析[J]. 中国实验方剂学杂志,2015,21(5):75-78.
- [18] 夏媛媛,陈英杰,杨沮勤,等. 五味子薄层色谱用对照提取物的研制与应用[J]. 中华中医药杂志,2017,32(7):3231-3234.
- [19] 张协光,彭祖茂,张涵,等. 薄层色谱联用气相色谱法研究食用植物油中 sn-2 位脂肪酸的分布[J]. 中国油脂,2017,42(7):35-39.
- [20] 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.
- [21] 刘慧,张秋燕,王家龙,等. 8 种药材中 6 种有机酸类成分的 HPLC 含量测定[J]. 中药材,2017,40(5):1130-1133.

(2018-03-30 收稿 责任编辑:杨觉雄)

(上接第 3185 页)

(穗花杉双黄酮),8 号(扁柏双黄酮)峰为主,此方法可用于控制侧柏叶加泥土的掺伪。

参考文献

- [1] 中华人民共和国卫生部药典委. 中华人民共和国药典[S]. 1 部. 北京:中国医药科技出版社,2010:附录 22.
- [2] 顾臣贤,朱华荣,管伦兴,等. 五灵脂药用研究进展[J]. 亚太传统医药,2014,10(5):55-56.
- [3] 曹望弟,陈雪琴,郭耀武. 五灵脂本草考证、养殖和临床应用探讨[J]. 中国药师,2012,15(12):1803-1804.
- [4] 屈庆玲,满博文. 谈中药醋制的作用[J]. 河南中医,2004,24(6):40-40.

- [5] 闵凡印. 五灵脂炮制方法的探讨[J]. 中国药学杂志,1984,19(9):26-28.
- [6] 吴用琼. 五灵脂炮制方法的探讨与临床应用[C]//2011 全国民族医药学术交流会. 2011.
- [7] 李江东. 中药五灵脂炮制方法的改进[J]. 中国中药杂志,1988,13(10):125.
- [8] 刘文燊,刘倩平,李庆明,等. 五灵脂及其炮制品的微量元素含量测定[J]. 广东微量元素科学,2002,9(11):59-60.
- [9] 缪刘萍,王鑫杰,周海凤,等. 双黄酮类化合物药理作用研究[J]. 世界临床药物,2012,33(6):369-374.
- [10] 单鸣秋,钱雯,高静,等. UPLC-MS 分析侧柏叶中黄酮类化合物[J]. 中国中药杂志,2011,36(12):1626-1629.

(2018-11-13 收稿 责任编辑:徐颖)