

REFERENCES

- [1] 古丽斯坦·阿吾提, 玛依热·买买提. 正交试验优选板蓝根总生物碱中表依春的提取工艺[J]. 新疆医学, 2013, 43(10): 177-180.
- [2] 许宁侠. 苦杏仁苷的研究进展[J]. 内蒙古中医药, 2012, 31(9): 66-67.
- [3] 林冬杰. 白花前胡甲素药理作用的研究进展[J]. 中国中医药现代远程教育, 2008, 6(7): 797-798.
- [4] FENG Y, WU W F, WEI J H, et al. The extraction and purification methods and pharmacological research progress of glycyrrhizic acid and liquiritin [J]. Ginseng Res(人参研究), 2012, 24(3): 46-50.
- [5] ZHAO Y W, YU M, HE L, et al. Optimization of extraction process for Zidianling granule [J]. Chin J Exp Tradit Med Form(中国实验方剂学杂志), 2012, 18(9): 32-35.
- [6] 中国药典. 一部[S]. 2010: 191.
- [7] XIAO P, CHEN J W, LI X, et al. Simultaneous determination of five compounds in Isatidis Radix by HPLC [J]. Her Med(医药导报), 2014, 33(11): 1482-1486.
- [8] HUANG R H, YANG H W. Content determination of praeruptorin A in Qingfei Yihuo pills by RP-HPLC [J]. J Chin Pharm(中国药房), 2010, 21(27): 2556-2557.
- [9] HAN C. High performance liquid chromatography on determination on praeruptorin A in Baihuaqianhu extraction [J]. J Hubei Univ Tradit Chin Med(湖北中医药大学学报), 2011, 13(1): 32-33.
- [10] 宋丽军, 谭晓梅, 罗佳波. HPLC 法同时测定甘草中甘草苷、甘草酸、甘草次酸含量[J]. 中药材, 2009, 32(3): 378-379.
- [11] XU D M, CHENG K J. Determination of liquiritin, naringin, hesperidin and glycyrrhizic acid in extractive of Wendan formula by RP-HPLC [J]. Chin J Chin Mater Med(中国中药杂志), 2011, 36(1): 45-47.
- [12] JIN Q X, HUANG Y F. Determination of amygdalose concentration in the extract of GZFL capsules of ethanol by HPLC [J]. Chin Arch Tradit Chin Med(中华中医药学刊), 2012, 30(2): 381-382.

收稿日期: 2014-05-20

市售枳壳饮片的质量调查与指纹图谱研究

范蕾, 吴查青, 王伟影, 陈卫平, 毛菊华, 陈张金, 李水福^{*}(丽水市食品药品检验所, 浙江 丽水 323000)

摘要: 目的 建立 HPLC 指纹图谱, 调查 16 批市售枳壳饮片的质量。方法 色谱柱为 Agilent-SB C₁₈(250 mm×4.6 mm, 5 μm), 流动相为乙腈-水(20:80)(用磷酸调节 pH 值至 3), 流速为 1.0 mL·min⁻¹, 柱温 30 ℃, 检测波长为 283 nm。利用相似度评价系统进行指纹图谱相似度计算。结果 16 批市售枳壳饮片均达到药典标准, 不同炮制方法所得枳壳含量略有差异。枳壳指纹图谱相似度>0.98。结论 市售枳壳饮片质量较好。指纹图谱方法稳定、重复性好, 可用于枳壳的质量控制。

关键词: 枳壳; 质量; 指纹图谱

中图分类号: R917.101

文献标志码: B

文章编号: 1007-7693(2015)04-0432-05

DOI: 10.13748/j.cnki.issn1007-7693.2015.04.011

Study on the Quality Investigation and Fingerprint of Aurantii Fructus

FAN Lei, WU Chaqing, WANG Weiyang, CHEN Weiping, MAO Juhua, CHEN Zhangjin, LI Shuifu^{*} (Lishui Institute for Food and Drug Control, Lishui 323000, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To investigate the quality of the 16 batches of commercial Aurantii Fructus by establishment of HPLC fingerprinting. **METHODS** HPLC was applied with the chromatographic condition as follows: the chromatographic column was Agilent Zorbax SB-C₁₈(250 mm×4.6 mm, 5 μm) at 30 ℃; mobile phase was acetonitrile-water(20:80)(adjusted to pH 3 with phosphoric acid); flow rate was 1.0 mL·min⁻¹, the detection wavelength was 283 nm. Used the similarity evaluation system for fingerprint similarity calculation. **RESULTS** Sixteen batches of commercial Aurantii Fructus were reaching pharmacopoeia standards, there were a little differences between two processing methods. Fingerprint similarity was above 0.98. **CONCLUSION** The method of fingerprint is stable, repeatable and it is suitable for the quality control of Aurantii Fructus.

KEY WORDS: Aurantii Fructus; quality; fingerprint

基金项目: 浙江省公共科技条件平台首期建设项目(2012E60008); 丽水市重点科技创新团队建设项目(2012CXTD11)

作者简介: 范蕾, 女, 副主任中药师 Tel: (0578)2183986 E-mail: fanjudy@126.com ^{*}通信作者: 李水福, 男, 主任中药师 Tel: (0578)2155989 E-mail: lsf6789@126.com

枳壳为芸香科植物酸橙 *Citrus aurantium* L. 及其栽培变种的干燥未成熟果实, 又名川枳壳、江枳壳, 具有理气宽中、行滞消胀的功效, 常用于胸胁气滞、胀满疼痛、食积不化、痰饮内停、脏器下垂等^[1-2]。中国药典 2010 年版采用 HPLC 同时对柚皮苷和新橙皮苷进行控制, 并收载了净制和麸炒 2 种炮制方法。由于枳壳存在沿用习惯、产地不同等问题, 本实验拟通过对 16 批市售饮片(含 2 种炮制方法)的枳壳中柚皮苷与新橙皮苷含量的比较, 了解市场枳壳饮片的质量情况。目前关于枳壳指纹图谱的研究虽然已有报道^[3-4], 但基本针对枳壳及其栽培品, 关于近似种的报道极少, 且提取方法较复杂。本实验通过 16 批市售枳壳饮片及其伪品的指纹图谱研究, 建立快速简便的鉴别方法。

1 仪器与材料

1.1 仪器

Agilent 1260 高效液相色谱仪(美国 Agilent 公司); XS104 电子天平(上海恒刚衡器天平有限公司)。

1.2 试剂与材料

16 批枳壳饮片来源及炮制方法见表 1, 17~19 号样品为枳壳伪品(17 号, 亳州兴和药业有限公司, 批号为 140216; 18 号, 江西樟树天齐堂中药饮片有限公司, 批号为 1404004; 19 号, 安徽方氏中药饮片有限公司, 批号为 140101), 疑似橘类, 经丽水市食品药品检验所李水福主任中药师鉴定; 橙皮苷对照品(批号: 110721-201014, 纯度: 95.3%)均购自中国食品药品检定研究院。芸香柚皮苷(长沙洛瑞生物科技有限公司, 批号: 130809, 纯度: 99.1%); 柚皮苷对照品(批号: 110722-201312, 含量为: 94.7%)和新橙皮苷对照品(批号: 111857-201102, 含量: 99.6%)均购自中国食品药品检定研究院。乙腈(德国默克公司), 磷酸均为色谱纯, 水为娃哈哈纯净水。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱为 Agilent-SB C₁₈(250 mm × 4.6 mm, 5 μm), 流动相为乙腈-水(20:80)(用磷酸调节 pH 值至 3), 流速为 1.0 mL·min⁻¹, 柱温 30 ℃, 检测波长为 283 nm。

2.2 含量测定

2.2.1 对照品溶液的制备

精密称取柚皮苷和新

橙皮苷对照品适量, 置同一 50 mL 量瓶中, 加甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 制成各含 80 μg·mL⁻¹ 的混合对照品溶液。

2.2.2 供试品溶液的制备 取本品粗粉约 0.2 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入甲醇 50 mL, 称定重量, 加热回流 1.5 h, 放冷, 再称定重量, 用甲醇补足减失的重量, 滤过, 精密量取续滤液 10 mL, 置 25 mL 量瓶中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 用 0.45 μm 的微孔滤膜过滤, 滤液即为供试品溶液。

表 1 16 批枳壳饮片资料

Tab. 1 The 16 batches of Aurantii Fructus

编号	生产厂家	批号	炮制方法
1	湖北金贵中药饮片有限公司	121201	麸炒
2	安徽雷允上国药有限公司	140413	麸炒
3	江西樟树天齐堂中药饮片有限公司	1311011	麸炒
4	温州大宇中药饮片有限公司	13121903	麸炒
5	湖北金贵中药饮片有限公司	140101	麸炒
6	江西彭氏国药堂饮片有限公司	13081404	麸炒
7	安徽源和堂药业股份有限公司	140321	麸炒
8	衢州南孔中药有限公司饮片厂	1312011	麸炒
9	安徽惠隆中药饮片有限公司	20130901	麸炒
10	湖北金贵中药饮片有限公司	130701	净选
11	河北楚风中药饮片有限公司	130401	净选
12	安徽亳州浙皖中药饮片有限公司	140101	净选
13	安徽惠隆中药饮片有限公司	20131001	净选
14	浙江康宁医药有限公司中药饮片加工厂	101101	净选
15	温州大宇中药饮片有限公司	13071401	净选
16	亳州市国苑中药材饮片有限公司	130614	净选

2.2.3 系统适应性试验 分别精密吸取对照品和供试品项下溶液, 按“2.1”项下色谱条件进样, 记录色谱图, 见图 1。在该色谱条件下, 柚皮苷、新橙皮苷与其他成分可达到基线分离, 分离度均 >1.5。对照品色谱峰与供试品色谱峰中相对应色谱峰的紫外光谱吸收均一致。结果表明在上述色谱条件下柚皮苷和新橙皮苷具有良好的分离效果。

2.2.4 线性关系考察 精密吸取混合对照品溶液适量, 分别制成柚皮苷浓度为 8.53, 17.06, 42.65, 85.30, 170.62 μg·mL⁻¹, 新橙皮苷浓度为 8.39, 16.78, 41.95, 83.90, 167.80 μg·mL⁻¹ 的对照品溶液, 准确吸取 10 μL, 按“2.1”项下色谱条件进行测定, 分别以对照品的浓度(X)为横坐标, 峰面积

积分值(Y)为纵坐标,得柚皮苷回归方程为 $Y=14.345\ 7X-0.525\ 3$, $r=1.000\ 0$,新橙皮苷回归方程为 $Y=15.704\ 4X-0.067\ 5$, $r=1.000\ 0$ 。结果表明,柚皮苷和新橙皮苷分别在 $0.085\ 3\sim 1.706\ 2$, $0.083\ 9\sim 1.678\ 0\ \mu\text{g}$ 内与峰面积呈良好的线性关系。

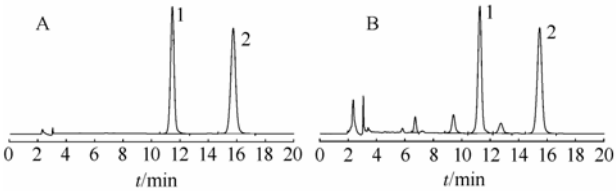


图1 HPLC图谱
A-混合对照品; B-供试品; 1-柚皮苷; 2-新橙皮苷。
Fig. 1 HPLC chromatograms
A-mixed control; B-sample; 1-naringin; 2-neohesperidin.

2.2.5 仪器精密度试验 精密吸取对照品溶液 $10\ \mu\text{L}$,连续进样5次,测得其峰面积,计算柚皮苷峰面积的RSD为 $0.23\%(n=5)$,新橙皮苷峰面积的RSD为 $0.41\%(n=5)$,结果显示仪器精密度良好。

2.2.6 稳定性试验 精密吸取“2.2.2”项下制备的供试品溶液各 $10\ \mu\text{L}$,分别在0, 4, 8, 12, 24 h依次进样,测得其峰面积,计算柚皮苷峰面积的RSD为 $0.64\%(n=5)$,新橙皮苷峰面积的RSD为 $0.55\%(n=5)$ 。

2.2.7 重复性试验 精密称取同一枳壳饮片(5号样品)粉末6份,按“2.2.2”项下方法制备,进样 $10\ \mu\text{L}$,按干燥品计算,柚皮苷和新橙皮苷的浓度分别为 $44.4, 40.7\ \text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$,RSD分别为 $0.28\%, 0.34\%$ 。

2.2.8 加样回收率试验 取已测定的枳壳饮片(5号样品)6份,各约 $0.1\ \text{g}$,精密称定,置具塞锥形瓶中,分别精密加入柚皮苷,新橙皮苷对照品溶液 $1\ \text{mL}$ (浓度分别为 $4.02, 3.96\ \text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$),按“1.2.3”项下方法制备供试品溶液,进样 $10\ \mu\text{L}$,测定柚皮苷和新橙皮苷的量,计算柚皮苷和新橙皮苷回收率分别为 $98.5\%, 99.2\%$,RSD分别为 $0.63\%, 0.41\%$ 。结果见表2。

2.2.9 样品测定 取不同批号的样品粉末(过2号筛)约 $0.2\ \text{g}$,精密称定,按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液,分别测定并计算浓度,1~9号为麸炒枳壳,10~16号为净选枳壳,结果见表3。可见16批枳壳饮片含量均达到中国药典2010版要求^[1]。9批麸炒枳壳中柚皮苷及新橙皮苷的平均含量均略低于7批净选枳壳,但1, 8号麸炒枳壳较14, 16号净选枳壳柚皮苷含量略高。

表2 枳壳中柚皮苷的加样回收率($n=6$)

Tab. 2 Recoveries of naringin ($n=6$)

序号	样品量/g	加入量/mg	测得量/mg	回收率/%	平均回收率/%	RSD/%
柚皮苷	0.100 9		8.411	98.78	98.5	0.63
	0.102 5		8.408	98.70		
	0.102 2	4.02	8.364	97.61		
	0.101 6		8.438	99.45		
	0.101 3		8.397	98.43		
	0.100 6		8.385	98.13		
新橙皮苷	0.100 9		8.002	99.29	99.2	0.41
	0.102 5		7.989	98.96		
	0.102 2	3.96	7.995	99.12		
	0.101 6		7.985	98.86		
	0.101 3		7.982	98.79		
	0.100 6		8.026	99.90		

表3 枳壳中柚皮苷和新橙皮苷的测定结果($n=8$)

Tab. 3 Determination of naringin and neohesperidin in Aurantii Fructus($n=8$)

编号	柚皮苷/ $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$	平均值/ $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$	新橙皮苷/ $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$	平均值/ $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$
1	58.5	48.41	45.4	42.21
2	41.2		40.2	
3	48.6		44.4	
4	42.7		42.5	
5	44.4		40.7	
6	51.8		44.0	
7	44.4		41.7	
8	58.8		38.6	
9	45.3	56.56	42.4	46.76
10	54.2		45.6	
11	62.1		48.7	
12	74.7		51.4	
13	50.2		44.3	
14	48.8		47.6	
15	58.6		44.1	
16	47.3		45.6	

2.3 指纹图谱

2.3.1 对照品溶液的制备 精密称取柚皮苷对照品适量,置 $50\ \text{mL}$ 量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,制成 $50\ \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 的对照品溶液。

2.3.2 指纹图谱的确定 取“2.2.2”项下供试品溶液 $10\ \mu\text{L}$ 注入液相色谱仪,按“2.1”项下色谱条件记录色谱图,分别测定1~9号枳壳饮片(麸

炒), 10~16 号枳壳饮片(净选), 17~19 号伪品。经比较分析, 有 5 个色谱峰为 16 批枳壳共有, 保留时间依次为 6.12(1), 9.12(2), 11.27(S, 3), 12.12(4), 15.12(5) min, 通过液相色谱(DAD 检测器)定位发现, 2 号峰为芸香柚皮苷, 3 号峰为柚皮苷, 4 号峰为橙皮苷, 5 号峰为新橙皮苷, 见图 2。由指纹图谱可见, 柚皮苷峰相对峰面积较大, 较稳定, 故选柚皮苷为参照峰 S, 各色谱峰保留时间与相对峰面积见表 4~5。各峰保留时间的 RSD 为 0.09%~0.5%, 相对峰面积的 RSD 为 12.3%~31.0%, 显示麸炒、净选 2 种炮制方法所得枳壳饮片均有上述 5 个共有成分, 其中柚皮苷与新橙皮苷峰面积较大, 1, 2, 4 号峰面积较小, 相对峰面积变化较大。17, 19 号样品亦有上述 5 个共有峰, 但橙皮苷峰(4 号峰)面积最大, 远超过柚皮苷峰及新橙皮苷峰; 18 号样品仅有芸香柚皮苷及橙皮苷 2 个共有峰, 橙皮苷峰(4 号峰)面积最大, 未见 1, 3, 5 号特征峰, 见图 3。

2.3.3 指纹图谱的仪器精密性、稳定性、重复性试验 取枳壳饮片(5 号样品)粉末, 按“2.2.2”项下方法制备成供试品溶液, 连续进样 6 次, 测得各色谱峰的保留时间和相对峰面积的 RSD 分别为 0.08%~0.44%, 0.19%~0.86%, 显示仪器精密性良好。取仪器精密性试验的供试品溶液 10 μ L, 分别在 0, 4, 8, 12, 24, 48 h 依次进样, 测得各色谱峰的保留时间与相对峰面积无明显变化, 其 RSD 分别为 0.03%~0.15%, 0.22%~0.58%。取同一枳壳饮片(5 号样品)粉末 6 份, 按“2.2.2”项下方法制备, 进样 10 μ L, 测得其各色谱峰的保留时间和相对峰面积的 RSD 分别为 0.05%~0.77%, 0.21%~0.88%, 显示该指纹图谱稳定性, 重复性均较好。

表 4 16 批枳壳指纹图谱共有峰保留时间

Tab. 4 Common peak retention time of 16 batches of Aurantii Fructus

共有峰	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	保留时间 RSD/%
1	6.16	6.08	6.15	6.13	6.12	6.15	6.16	6.18	6.11	6.10	6.14	6.13	6.13	6.18	6.16	6.14	0.45
2	9.14	9.13	9.10	9.18	9.16	9.15	9.12	9.11	9.15	9.13	9.14	9.12	9.12	9.14	9.15	9.13	0.22
S	11.43	11.44	11.42	11.44	11.41	11.38	11.35	11.33	11.33	11.33	11.39	11.49	11.39	11.29	11.42	11.36	0.47
4	12.12	12.14	12.11	12.13	12.14	12.12	12.13	12.13	12.12	12.14	12.12	12.15	12.13	12.14	12.14	12.13	0.09
5	15.70	15.70	15.69	15.74	15.63	15.61	15.55	15.57	15.58	15.55	15.61	15.79	5.63	15.50	15.66	15.63	0.50

2.3.4 指纹图谱的相似性评价 应用卫生部药典委员会颁布的“中药色谱指纹图谱相似度评价系统”(2004 版)软件对 16 批枳壳饮片指纹图谱进行处理, 见图 4, 分别采用平均值和中位值计算, 所得枳壳指纹图谱的相似度均在 0.98 以上, 表明建立的指纹图谱技术指标稳定。

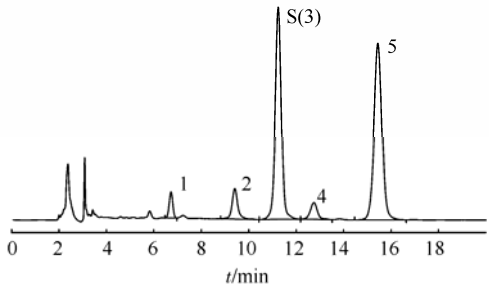


图 2 枳壳指纹图谱

1-未知特征峰; 2-芸香柚皮苷; 3-柚皮苷(参照峰 S); 4-橙皮苷; 5-新橙皮苷。

Fig. 2 Fingerprint chromatograms

1-unknown characteristic peak; 2-rue naringin; 3-naringin(S); 4-hesperidin; 5-neohesperidin.

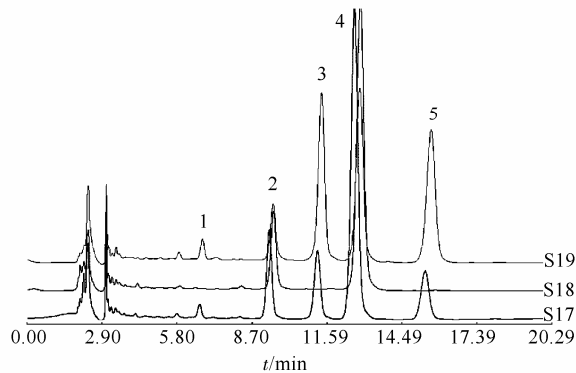


图 3 17~19 号样品指纹图谱

1-未知特征峰; 2-芸香柚皮苷; 3-柚皮苷(参照峰 S); 4-橙皮苷; 5-新橙皮苷。

Fig. 3 Fingerprint chromatograms of sample 17-19

1-unknown characteristic peak; 2-rue naringin; 3-naringin(S); 4-hesperidin; 5-neohesperidin.

表 5 16 批枳壳指纹图谱共有峰相对峰面积

Tab. 5 Common peak relative peak area of 16 batches of Aurantii Fructus

共有峰	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	相对峰面积 RSD/%
1	0.057	0.070	0.064	0.072	0.066	0.066	0.065	0.024	0.068	0.027	0.030	0.088	0.056	0.071	0.080	0.078	31.01
2	0.101	0.128	0.117	0.113	0.116	0.122	0.133	0.100	0.120	0.174	0.102	0.139	0.104	0.133	0.129	0.109	15.44
S	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	
4	0.092	0.187	0.088	0.089	0.091	0.087	0.107	0.109	0.086	0.143	0.167	0.098	0.065	0.099	0.099	0.084	30.60
5	0.849	1.079	1.021	1.105	1.026	0.951	1.046	0.732	1.028	0.877	0.770	0.993	0.856	1.079	1.112	0.931	12.31

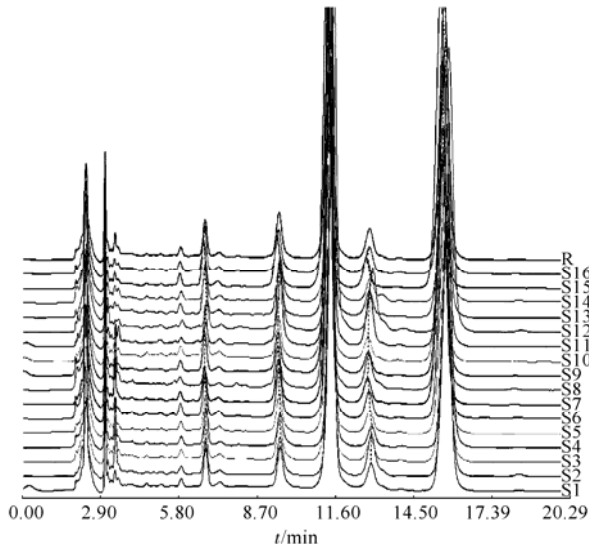


图 4 16 批枳壳指纹图谱

Fig. 4 Fingerprint chromatograms of 16 batches of samples

3 讨论

本实验参考中国药典 2010 年版一部枳壳含量测定方法^[1], 对 9 批麸炒枳壳及 7 批净选枳壳中柚皮苷, 新橙皮苷的含量进行测定。由测定结果可知, 16 批枳壳均符合中国药典 2010 年版要求, 且麸炒枳壳中 2 种成分的平均含量低于净选枳壳。李正红等^[5]发现, 枳壳麸炒前后其柚皮苷, 新橙皮苷含量均略微下降, 与本实验所测结果一致, 显示炮制方法对含量有一定的影响。但由于产地及采收时机的不同, 也会出现麸炒枳壳中 2 种成分含量高于净选枳壳的情况。

本实验通过 16 批枳壳的测定分析, 发现各特征峰相对峰面积有一定差异, 但整体特征相似, 相似度>0.98, 说明不同产地, 不同炮制方法之间虽然存在差异, 但同时也有很好的相关性。

本实验通过 3 批枳壳伪品的测定, 发现其特征峰与枳壳存在较大差异, 橙皮苷峰较枳壳高出

许多。芸香科植物所含黄酮类成分较多, 且大多相同^[6], 通过面积归一化法发现枳壳的主要成分为柚皮苷与新橙皮苷^[3,7]。易伦朝等^[8-9]发现青皮、陈皮指纹图谱的主要成分为橙皮苷, 本实验 3 批伪品的图谱中橙皮苷峰最高, 疑似橘类。

本研究建立的指纹图谱与含量测定方法系统条件基本一致, 主要可用于枳壳与其近似种的鉴别, 操作简便, 快速, 稳定, 有利于全面控制枳壳质量, 促进枳壳及其制剂研制水平和质量控制的提高。

REFERENCES

- [1] 中国药典. 一部 [M]. 2010: 229.
- [2] 章斌, 金剑, 金芝贵, 等. 枳壳的药理作用与临床应用进展 [J]. 医药导报, 2013, 23(11): 1462-1464.
- [3] 杨翠平, 苏薇薇, 劳业兴, 等. 枳壳药材 HPLC 指纹特征研究 [J]. 中药材, 2003, 26(6): 405-408.
- [4] ZHAO K J, ZHENG Y Z, DONG T X, et al. Analysis of HPLC fingerprints of Fructus Aurantii from different habitats and contents of naringin, neohesperidin and synephrine [J]. Chin Pharm J(中国药学杂志), 2011, 46(12): 955-959.
- [5] LI Z H, XIA F G, CHEN H F, et al. Content changes of main active ingredients in Aurantii Fructus before and after frying with wheat bran [J]. Chin J Exp Tradit Med Form(中国实验方剂学杂志), 2013, 1(19): 18-21
- [6] 邵红霞, 代云桃, 秦雪梅, 等. 陈皮青皮和枳壳中黄酮类成分的指纹图谱研究进展 [J]. 山西医药杂志, 2007, 36(10): 898-900.
- [7] ZHAO Y, LIANG Y Z, YI L Z, et al. Application of chemical pattern into recognition of Zhishi(Fructus Aurantii Immaturus) [J]. Res Pract Chin Med(现代中药研究与实践), 2004, 18(z1): 47-51.
- [8] YI L Z, XIE P S, LIANG Y Z, et al. Studies on fingerprints of Pericarpium Citri Reticulatae Viride [J]. Tradit Chin Drug Res Chin Pharmacol(中药新药与临床药理), 2004, 15(6): 403-406.
- [9] YI L Z, XIE P S, LIANG Y Z, et al. HPLC specific(fingerprint) used for quality control of tangerine peel [J]. Chin J Pharm Anal(药物分析杂志), 2006, 26(7): 918-922.

收稿日期: 2014-08-20