

舒肝丸(浓缩丸)质量标准完善研究

刘晓明, 孙慧珠, 王晓蕾, 徐乐, 刘永利* (河北省药品检验研究院, 石家庄 050011)

摘要: 目的 对舒肝丸(浓缩丸)的质量标准进行完善提高。方法 延胡索、厚朴、木香进行薄层色谱鉴别。HPLC同时测定芍药苷、橙皮苷、柚皮苷及新橙皮苷的含量, 采用 C_{18} 色谱柱, 乙腈(A)-0.2%磷酸(B)为流动相梯度洗脱(0~40 min, 15%A→25%A), 流速为 $1.0\text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$; 检测波长为 230 nm。结果 薄层色谱斑点清晰, 分离度好, 专属性强, 重复性良好。芍药苷、柚皮苷、橙皮苷、新橙皮苷分别在 0.023 81~4.762, 0.025 65~10.26, 0.022 03~2.644 0, 0.025 44~5.087 6 μg 内线性关系良好, 相关系数均为 0.999 9; 平均回收率分别为 102.6%, 101.7%, 100.5%, 102.9%, RSD 分别为 0.8%, 1.2%, 2.3%, 0.9%。结论 本实验建立的鉴别和含量测定方法为舒肝丸质量标准的修订完善提供了可靠依据。

关键词: 舒肝丸(浓缩丸); 质量标准; 薄层色谱法; 高效液相色谱法

中图分类号: R917.101

文献标志码: B

文章编号: 1007-7693(2017)12-1712-05

DOI: 10.13748/j.cnki.issn1007-7693.2017.12.015

引用本文: 刘晓明, 孙慧珠, 王晓蕾, 等. 舒肝丸(浓缩丸)质量标准完善研究[J]. 中国现代应用药学, 2017, 34(12): 1712-1716.

Supplementary Study on Quality Standard for Shugan Concentrated Pills

LIU Xiaoming, SUN Huizhu, WANG Xiaolei, XU Le, LIU Yongli* (Hebei Institute for Drug Control, Shijiazhuang 050011, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To study supplements for the quality standard for Shugan Concentrated Pills. **METHODS** The TLC methods of corydalis rhizoma, Magnoliae officinalis cortex and Aucklandiae radix were optimized. The contents of paeoniflorin, naringin, hesperidin and neohesperidin were simultaneous determined by HPLC. The chromatographic separation was performed on a C_{18} column with acetonitrile(A)-0.2% phosphoric acid solution(B) with gradient elution as mobile phase(0~40 min, 15%A→25%A). The flow rate was $1.0\text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$. The detection wavelength was set at 230 nm. **RESULTS** The calibration curves were linear within the range of 0.023 81~4.762 μg for paeoniflorin, 0.025 65~10.26 μg for naringin, 0.022 03~2.644 0 μg for hesperidin and 0.025 44~5.087 6 μg for neohesperidin. All ingredients showed a good linear relationship ($r=0.999\ 9$). The average recoveries were 102.6%, 101.7%, 100.5% and 102.9%, respectively. RSDs were 0.8%, 1.2%, 2.3% and 0.9%, respectively. **CONCLUSION** The established identification and determination methods can provide references for improvement of quality standards for Shugan Concentrated Pills.

KEY WORDS: Shugan Concentrated Pills; quality standard; TLC; HPLC

舒肝丸(浓缩丸)源于《全国中成药处方集》, 现收载于《卫生部药品标准》中药成方制剂第八册, 由川楝子、醋延胡索、白芍、片姜黄、木香、沉香、豆蔻仁等 13 味药组成, 其中川楝子等 9 味药经过渗漉后入药, 其余为原粉入药, 是临床常用理气舒肝药^[1]。其中白芍、川楝子、延胡索、姜黄等入肝经之品, 行疏肝、柔肝之功; 枳壳、厚朴、陈皮、豆蔻仁、沉香、木香等有理气止痛、健脾和胃之效, 对于肝气犯胃所致诸症疗效良好, 适用于横逆犯胃所致的胃脘痛等证^[2]。舒肝丸具有舒肝和胃、理气止痛的功效, 用于肝郁气滞, 胸胁胀满, 胃脘疼痛, 嘈杂呕吐, 暖气泛酸^[3]等症的治疗。

现行标准收载了沉香、朱砂的显微鉴别, 同时还收载了朱砂的理化鉴别, 有文献对舒肝丸(浓缩丸)中的延胡索等 6 味药材的薄层色谱鉴别做了研究^[4], 但是样品处理方法极为繁琐。文献^[4]报道的含量测定研究也均为对白芍中单一成分的含量测定。除此之外, 对方中其他药味成分没有含量测定的相关报道。为了更好地控制产品的内在质量, 保证临床用药的安全有效, 在相关多成分含量测定方法报道的基础上^[5-11], 本实验在标准研究中增加了延胡索、姜厚朴、木香的薄层鉴别, 并同时增加了白芍、陈皮、枳壳 3 味药材中 4 个特征成分(芍药苷、橙皮苷、柚皮苷、新橙皮苷)的 HPLC 含量测定方法, 采用该方法可以为提高

作者简介: 刘晓明, 女, 硕士, 副主任药师 Tel: (0311)85212007-8041
硕士, 主任药师 Tel: (0311)85212007-8042 E-mail: liuyongli2008@126.com

E-mail: lxmbby2008@163.com *通信作者: 刘永利, 男,

舒肝丸的质量标准提供参考依据,节约分析时间。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

Linomat-5 半自动点样仪(CAMAG 公司); Shimadzu LC20A 高效液相色谱仪; KQ-400KDE 超声波清洗仪(昆山市超声仪器有限公司); AE163、AE240 型电子天平(上海梅特勒仪器有限公司)。

1.2 试剂

对照品及对照药材:延胡索(批号:120928-201208)、芍药苷(批号:110736-201035,含量以96.0%计)、柚皮苷(批号:110722-201111,含量以100.0%计)、橙皮苷(批号:110721-201115,含量以95.3%计)、新橙皮苷(批号:111857-201102,含量以99.6%计)、厚朴酚对照品(批号:110729-200412,含量以100.0%计)、和厚朴酚对照品(批号:110730-201313,含量以99.1%计)、木香(批号:120921-201008)购自中国食品药品检定研究院。

样品8批,购自药品经营公司与药店(编号为1~8),饮片:川楝子、醋延胡索、白芍(酒炒)、片姜黄、木香、沉香、豆蔻仁、砂仁、姜厚朴、陈皮、枳壳(炒)、茯苓、朱砂,经本院中药室段吉平主任药师鉴定。

甲醇、乙腈(色谱纯,Merck公司);水为去离子水;其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 薄层色谱鉴别

2.1.1 延胡索 取本品1.2 g,研碎,加甲醇30 mL,超声处理30 min,滤过,滤液蒸干,残渣加氨试液10 mL使溶解,用乙醚振摇提取2次,每次15 mL,合并乙醚液,挥干,残渣加甲醇1 mL使溶解,作为供试品溶液。另取延胡索对照药材0.5 g,加甲醇30 mL,超声处理30 min,滤过,滤液蒸干,同法制成对照药材溶液。按处方比例称取除延胡索外其他药材适量,制成缺延胡索的阴性样品,同供试品溶液制备方法制成阴性对照溶液。取上述供试品溶液、对照药材溶液及阴性对照溶液各5 μ L,分别点于同一硅胶G薄层板上,以环己烷-三氯甲烷-甲醇(15:2:0.5)为展开剂,展开,取出,晾干,置碘蒸气熏至斑点显色清晰,取出,置紫外光(365 nm)下检视。

所得色谱斑点清晰、圆整、分离较好,供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显

相同颜色的荧光斑点,且阴性无干扰,结果见图1。

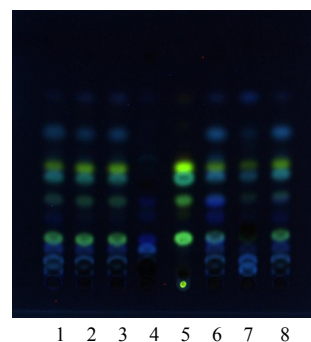


图1 延胡索薄层色谱图

5-延胡索对照药材;4-阴性样品对照;1~3,6~8-样品。

Fig. 1 TLC chromatograms of Corydalis Rhizoma

5-reference drug of Corydalis Rhizoma; 4-negative sample without Corydalis Rhizoma; 1~3, 6~8-sample.

2.1.2 厚朴 取本品1.2 g,研碎,加甲醇30 mL,超声处理30 min,滤过,滤液蒸干,残渣加水溶液10 mL使溶解,加盐酸液调至pH值为2的酸性溶液,用乙醚振摇提取2次,每次15 mL,合并乙醚液,挥干,残渣加甲醇1 mL使溶解,作为供试品溶液。另取厚朴酚对照品与和厚朴酚对照品,加甲醇制成每1 mL各含1 mg的混合溶液。按处方比例称取除厚朴外其他药材适量,制成缺厚朴的阴性样品,同供试品溶液制备方法制成阴性对照溶液。取上述供试品溶液及阴性对照溶液各5 μ L、供试品溶液5~10 μ L,分别点于同一硅胶GF254薄层板上,以石油醚(60~90 $^{\circ}$ C)-乙酸乙酯-甲酸(17:3:0.4)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光(254 nm)下检视。

所得色谱斑点清晰、圆整、分离较好,供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点,且阴性无干扰,结果见图2。

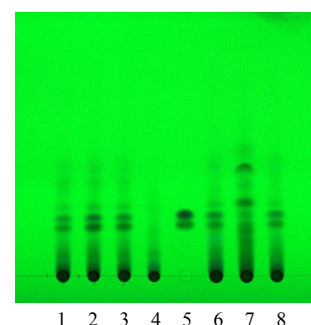


图2 厚朴薄层色谱图

5-厚朴对照药材;4-阴性样品对照;1~3,6~8-样品。

Fig. 2 TLC chromatograms of Magnoliae Officinalis Cortex

5-reference drug of Magnoliae Officinalis Cortex; 4-negative sample without Magnoliae Officinalis Cortex; 1~3, 6~8-sample.

2.1.3 木香 取本品 1.2 g, 研碎, 加三氯甲烷 30 mL, 超声处理 30 min, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加三氯甲烷 2 mL 使溶解, 作为供试品溶液。另取木香对照药材 0.2 g, 加三氯甲烷 10 mL, 同法制成对照药材溶液。按处方比例称取除木香外其他药材适量, 制成缺木香的阴性样品, 同供试品溶液制备方法制成阴性对照溶液。取上述对照药材溶液及阴性对照溶液 2 μ L、供试品溶液 5~10 μ L, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以环己烷-三氯甲烷(1:5)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 喷以 1% 香草醛硫酸溶液, 加热至斑点显色清晰。

所得色谱斑点清晰、圆整、分离较好, 供试品色谱中, 除第 7 个斑点在与对照药材色谱相应的位置上没有显主斑点外, 其余样品中均显相同颜色的斑点, 且阴性无干扰, 结果见图 3。

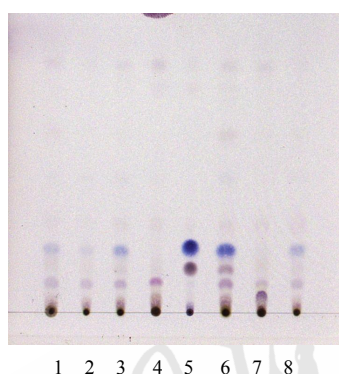


图3 木香薄层色谱图

5-木香对照药材; 4-阴性样品对照; 1~3, 6~8-样品。

Fig. 3 TLC chromatograms of Aucklandiae Radix

5-reference drug of Aucklandiae Radix; 4-negative sample without Aucklandiae Radix; 1~3, 6~8-sample.

2.2 HPLC 含量测定

2.2.1 色谱条件与系统适用性试验 色谱柱: Thermo 120 $\text{\AA}$ C₁₈(250 mm $\times$ 4.6 mm, 5 μ m); 流动相: 乙腈(A)-0.2%磷酸(B), 梯度洗脱(0~40 min, 15%A $\rightarrow$ 25%A); 柱温: 35 $^{\circ}$ C; 检测波长: 230 nm; 流速: 1.0 mL $\cdot$ min⁻¹; 进样量: 5 μ L; 理论板数按芍药苷峰计>7 000; 各峰与相邻峰的分度均>1.5。

2.2.2 溶液的制备

2.2.2.1 混合对照品溶液 精密称取芍药苷、柚皮苷、橙皮苷、新橙皮苷对照品 0.012 11, 0.012 30, 0.012 77, 0.012 81 g, 分别置 25 mL 量瓶中, 加甲醇适量使溶解并稀释至刻度, 摇匀, 分别精密量取上述对照品溶液 5 mL, 置同一 50 mL 量瓶

中, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 即得混合对照品溶液。

2.2.2.2 供试品溶液 取本品研细, 约 0.8 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入甲醇 25 mL, 密塞, 称定重量, 超声处理(功率为 500 W, 频率为 40 kHz)60 min, 取出, 放冷, 再称定重量, 用甲醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

2.2.2.3 阴性样品溶液 按处方比例及工艺分别制备缺白芍、缺枳壳、缺陈皮的阴性样品, 并按“2.2.2.2”项下方法, 制备阴性样品对照溶液。

2.2.3 专属性考察 分别取混合对照品溶液、供试品溶液及阴性缺味药材溶液进样分析, 按“2.2.1”项下色谱条件进样分析, 结果样品色谱中与对照品色谱相同保留时间处有色谱峰, 而阴性样品相应位置无相应峰, 不干扰测定。待测成分与其他成分分离度良好, 结果见图 4。

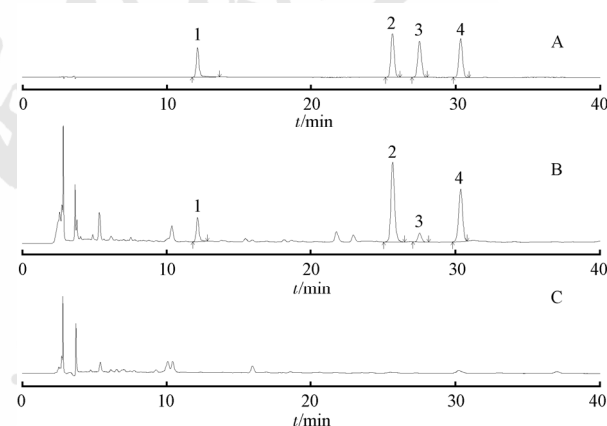


图4 高效液相色谱图

A-对照品溶液; B-样品溶液; C-阴性样品溶液; 1-芍药苷; 2-柚皮苷; 3-橙皮苷; 4-新橙皮苷。

Fig. 4 HPLC chromatograms

A-reference solution; B-sample solution; C-negative sample; 1-paeoniflorin; 2-naringin; 3-hesperidin; 4-neohesperidin.

2.2.4 线性关系考察 精密吸取低浓度的混合对照品溶液(芍药苷、柚皮苷、橙皮苷以及新橙皮苷浓度分别为 0.023 81, 0.025 65, 0.022 03, 0.025 44 mg $\cdot$ mL⁻¹)1, 2, 10 μ L, 高浓度混合对照品溶液(芍药苷、柚皮苷、橙皮苷和新橙皮苷浓度分别为 0.238 1, 0.256 5, 0.220 3, 0.254 4 mg $\cdot$ mL⁻¹)3, 10, 20 μ L 注入液相色谱仪, 测定峰面积。以对照品进样量(μ g)为横坐标, 峰面积为纵坐标, 进行线性回归。结果芍药苷、柚皮苷、橙皮苷、新橙

皮苷线性方程分别为 $y=3.028 \times 10^6 x - 66\,769.60$, $y=4.524 \times 10^6 x + 52\,003.80$, $y=4.158 \times 10^6 x - 6\,770.43$, $y=4.715 \times 10^6 x - 77\,759.35$; 线性范围分别为 0.023 81~4.762, 0.025 65~10.26, 0.022 03~2.644 0, 0.025 44~5.087 6 μg ; 相关系数均为 0.999 9, 表明各待测成分线性关系良好。

2.2.5 重复性试验 取同一样品约 0.4, 0.8, 1.2 g 各 3 份, 精密称定, 按“2.2.2.2”项下方法制备 9 份供试品溶液, 分别测定含量, 结果样品中芍药苷、柚皮苷、橙皮苷、新橙皮苷的含量分别为 2.063 2, 5.527 0, 0.666 7, 3.909 7 $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$, RSD 分别为 1.0%, 1.6%, 1.5%, 1.9%, 结果表明该方法重复性良好。

2.2.6 稳定性试验 取同一样品, 分别在 0, 2, 7, 9 和 24 h 进样测定, 记录峰面积。结果 RSD 分别为 0.8%, 0.9%, 1.2%, 2.4%, 表明供试品溶液中 4 个待测成分室温放置 24 h 内基本稳定。

2.2.7 回收率试验 采用加样回收法, 取“2.2.6”项下已知含量的样品 0.4 g, 共 9 份, 精密称定, 分别置具塞锥形瓶中, 分别精密加入不同浓度的对照品溶液[低浓度(芍药苷、柚皮苷、橙皮苷和新橙皮苷浓度分别为 0.015 64, 0.041 04, 0.005 26, 0.032 78 $\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$); 中等浓度(芍药苷、柚皮苷、橙皮苷和新橙皮苷浓度分别为 0.031 27, 0.082 08, 0.010 52, 0.065 56 $\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$); 高浓度(芍药苷、柚皮苷、橙皮苷和新橙皮苷浓度分别为 0.046 91, 0.123 1, 0.015 78, 0.098 34 $\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$)]各 25 mL, 按“2.2.2.2”项下方法制备供试品溶液, 按“2.2.2.1”项下色谱条件进行分析, 计算回收率, 结果芍药苷、柚皮苷、橙皮苷、新橙皮苷的平均回收率($n=9$)分别为 102.6%, 101.7%, 100.5%, 102.9%, RSD 分别为 0.8%, 1.2%, 2.3%, 0.9%, 表明方法回收率良好, 结果见表 1~4。

2.2.8 色谱柱耐用性试验 取同一批样品, 按“2.2.2.2”项下方法制备供试品溶液, 分别采用不同牌号的色谱柱: 1 号色谱柱: Thermo 120Å- C_{18} (4.6 mm $\times$ 250 mm, 5 μm), 2 号色谱柱: ODS (4.6 mm $\times$ 250 mm, 5 μm), 3 号色谱柱: Shiseido Capcell pak C_{18} MG II (4.6 mm $\times$ 250 mm, 5 μm)进行测定, 结果见表 5, 各色谱柱分离良好, 测定结果 RSD 值分别为 3.1%, 2.5%, 2.1%, 2.7%, 表明该方法色谱柱耐用性良好。

表 1 芍药苷回收率试验结果

Tab. 1 The result of the recovery test of paeoniflorin

取样量/ g	样品含 量/mg	对照品加 入量/mg	测得量/ mg	回收率/ %	平均回 收率/%	RSD/ %
0.405 6	0.836 8	0.390 9	1.235 1	101.9		
0.408 7	0.843 2	0.390 9	1.242 9	102.2		
0.403 9	0.833 3	0.390 9	1.236 1	103.0		
0.403 0	0.831 5	0.781 8	1.640 1	103.4		
0.408 0	0.841 8	0.781 8	1.653 7	103.8	102.6	0.8
0.409 2	0.844 3	0.781 8	1.636 6	101.3		
0.404 8	0.835 2	1.172 7	2.043 7	103.1		
0.407 2	0.840 1	1.172 7	2.037 6	102.1		
0.404 6	0.834 8	1.172 7	2.041 5	102.9		

表 2 柚皮苷回收率试验结果

Tab. 2 The result of the recovery test of naringin

取样量/ g	样品含 量/mg	对照品加 入量/mg	测得量/ mg	回收率/ %	平均回 收率/%	RSD/ %
0.405 6	2.241 8	1.026 0	3.290 3	102.2		
0.408 7	2.258 9	1.026 0	3.308 4	102.3		
0.403 9	2.232 4	1.026 0	3.251 1	99.3		
0.403 0	2.227 4	2.052 0	4.307 2	101.4		
0.408 0	2.255 0	2.052 0	4.337 3	101.5	101.7	1.2
0.409 2	2.261 6	2.052 0	4.383 9	103.4		
0.404 8	2.237 3	3.078 0	5.348 0	101.1		
0.407 2	2.250 6	3.078 0	5.401 9	102.4		
0.404 6	2.236 2	3.078 0	5.369 1	101.8		

表 3 橙皮苷回收率试验结果

Tab. 3 The result of the recovery test of hesperidin

取样量/ g	样品含 量/mg	对照品加 入量/mg	测得量/ mg	回收率/ %	平均回 收率/%	RSD/ %
0.405 6	0.270 4	0.131 5	0.400 3	98.8		
0.408 7	0.272 5	0.131 5	0.402 0	98.5		
0.403 9	0.269 3	0.131 5	0.396 0	96.3		
0.403 0	0.268 7	0.263 0	0.535 4	101.4		
0.408 0	0.272 0	0.263 0	0.544 5	103.6	100.5	2.3
0.409 2	0.272 8	0.263 0	0.540 9	101.9		
0.404 8	0.269 9	0.394 5	0.673 9	102.4		
0.407 2	0.271 5	0.394 5	0.665 6	99.9		
0.404 6	0.269 7	0.394 5	0.670 4	101.5		

表 4 新橙皮苷回收率试验结果

Tab. 4 The result of the recovery test of neohesperidin

取样量/ g	样品含 量/mg	对照品加 入量/mg	测得量/ mg	回收率/ %	平均回 收率/%	RSD/ %
0.405 6	1.5858	0.8195	2.4248	102.4		
0.408 7	1.5979	0.8195	2.4264	101.1		
0.403 9	1.5791	0.8195	2.4167	102.2		
0.4030	1.5756	1.6390	3.2611	102.8		
0.4080	1.5952	1.6390	3.2883	103.3	102.9	0.9
0.4092	1.5998	1.6390	3.3026	103.9		
0.4048	1.5826	2.4585	4.1141	103.0		
0.4072	1.5920	2.4585	4.1288	103.2		
0.4046	1.5819	2.4585	4.1421	104.1		

表 5 方法耐用性试验结果

Tab. 5 The result of avilible of the method

色谱柱	理论板数	芍药苷/ mg·g ⁻¹	柚皮苷/ mg·g ⁻¹	橙皮苷/ mg·g ⁻¹	新橙皮苷/ mg·g ⁻¹
1 号	20 578	2.17	5.47	0.66	4.18
2 号	18 136	2.05	5.52	0.64	4.21
3 号	16 527	2.06	5.27	0.63	4.01
平均		2.10	5.42	0.64	4.13
RSD/%		3.1	2.5	2.1	2.7

2.2.9 样品测定 取样品 8 批, 分别按“2.2.2.2”项下方法制备供试品溶液, 按“2.2.2.1”项下色谱条件进行测定, 记录峰面积, 再用外标法分别计算芍药苷、柚皮苷、橙皮苷和新橙皮苷的含量, 结果见表 6。

表 6 样品测定结果($n=2$)

Tab. 6 Contents of samples($n=2$)					mg·g ⁻¹
编号	芍药苷	柚皮苷	橙皮苷	新橙皮苷	
1	2.45	5.46	0.71	3.95	
2	2.30	6.10	0.71	4.40	
3	2.17	5.82	0.67	4.16	
4	1.85	5.12	0.55	2.79	
5	1.66	5.73	0.46	2.86	
6	2.49	5.58	0.56	2.87	
7	2.70	6.09	0.77	3.15	
8	1.23	2.86	2.95	0.19	

3 讨论

3.1 提取条件的选择

比较了以 70%甲醇、85%甲醇、甲醇等不同提取溶剂及提取时间对结果的影响, 结果以甲醇为溶剂, 超声处理 60 min 样品分离度最好且含量最高。

3.2 流动相的选择

样品处方中药味多, 成分复杂, 经查阅相关文献, 确定梯度洗脱条件。曾尝试用纯水作为水相, 结果基线噪音较高。

3.3 测定波长的选择

多成分含量测定波长的选择一般以各成分紫外吸收较为平缓的波段作为测定波长, 兼顾各成分含量高低, 通过在 200~400 nm 扫描, 芍药苷在

230 nm 有吸收峰, 而柚皮苷、橙皮苷、新橙皮苷在 230 nm 处也有较强的肩峰, 因此选择了 230 nm 作为 4 种成分的测定波长, 结果各待测成分与杂质峰分离良好。

样品测定中发现一批样品(编号: 8 号)木香薄层鉴别为阴性, 延胡索、厚朴薄层鉴别斑点也较其他批样品颜色浅, 芍药苷、柚皮苷、新橙皮苷等成分含量也较其他批低, 而橙皮苷含量比其他批高 4 倍, 表明此批次样品质量较差。

REFERENCES

- [1] 陈锐. 舒肝丸临床应用解析[J]. 中国社区医师, 2011(21): 14.
- [2] 中国药典. 第二增补本[S]. 2010: 84.
- [3] HUANG H, TIAN H, ZHANG Y. Differentiation of Shugan Pills by TLC [J]. China Pharmacis(中国药师), 2003, 6(10): 661-662.
- [4] HUANG H, TIAN H, ZHANG Y. Determination of Paeoniflorin in Shugan Pills by HPLC [J]. Chin Pharm Aff(中国药事), 2003, 17(8): 46-47.
- [5] CUI L, SUN X L, HAO Y J, et al. Determination of six active ingredients in Qianlielong Bitong tablets by HPLC [J]. Chin J Pharm Anal(药物分析杂志), 2015, 35(11): 1914-1918.
- [6] LI X, LU J H. Simultaneous determination of paeoniflorin, naringin, hesperidin and baicalin in Jiawei Xianglian Pills by HPLC [J]. Chin Tradit Patent Med(中成药), 2015, 37(9): 1955-1958.
- [7] WANG Y S, RAO Y, WEI H Z, et al. Determination of peoniflorin, naringin, aurantiamarin, neohesperidin, and ammonium glycyrrhizinate in Sini Powder by HPLC-“internal standard” mufti-control method [J]. Chin Tradit Herb Drugs (中草药), 2008, 39(9): 1316-1319.
- [8] XU H Y, JIN Y, ZHANG H X, et al. Determination of naringin, hesperidin and neohesperidin in Weili Tablet by HPLC [J]. Chin Tradit Pat Med(中成药), 2010, 32(8): 1355-1357.
- [9] ZHANG C H, QIU X W, SHAN X M, et al. Simultaneous determination of eight constituents in Dieda Tablets by HPLC-ELSD [J]. Chin Tradit Pat Med(中成药), 2016, 36(4): 801-806.
- [10] LI S, PU X L. Determination of paeoniflorin, naringin, hesperidin, salvianolic acid B, and tanshinone II A in Jiegu Pills by HPLC-DAD [J]. Drugs Clinic(现代药物与临床), 2015, 30(2): 153-156.
- [11] SHI F, BAI X D, DONG B, et al. Simultaneous determination of ten active ingredients in Mingmu Shangqing tablets by HPLC [J]. Chin J Pharm Anal(药物分析杂志), 2014, 34(1): 91-95.

收稿日期: 2017-07-14

(本文责编: 蔡珊珊)