

金芪清疏颗粒质量标准提升

章樟俊¹，马明华²，徐智儒³，许政⁴，黄瑾¹，年华^{1*}，王振伟^{1*}

(1. 上海中医药大学附属岳阳中西医结合医院, 上海 200437; 2. 同济大学附属杨浦医院, 上海 200090;
3. 中国医药工业研究总院, 上海医药工业研究院先导物成药性研究全国重点实验室, 上海 200437;
4. 上海万仕诚药业有限公司, 上海 201506)

摘要：目的 提升金芪清疏颗粒质量标准。方法 TLC法定性鉴别金银花、黄芩、柴胡、太子参、甘草。以甘草苷为内标，一测多评法测定绿原酸、黄芩苷、甘草酸铵的含量。结果 TLC斑点清晰，分离度良好。4种成分在各自范围内线性关系良好($r \geq 0.9998$)，平均加样回收率97.38%~100.23%，RSD 0.21%~0.83%，一测多评法与外标法接近。结论 该方法专属性强，重复性好，可全面评价金芪清疏颗粒质量。

关键词：金芪清疏颗粒；质量标准；定性鉴别；含量测定；TLC；一测多评

中图分类号：R286

文献标志码：B

文章编号：1001-1528(2025)12-4113-06

doi:10.3969/j.issn.1001-1528.2025.12.035

金芪清疏颗粒是上海中医药大学附属岳阳中西医结合医院呼吸内科专家在临床治疗肺脾气虚证呼吸系统疾病的基础上，针对病毒性肺炎证候，将玉屏风散和四君子汤加减化裁而成的医院制剂（备案号沪药制备字Z20200011000），由黄芪、金银花、黄芩、柴胡、太子参、茯苓、蜜麸炒白术、佩兰、防风、蜜炙甘草10味中药组成，具有益气清疏、健脾固表补肺之功，临床用于肺系疾病如感冒、病毒性肺炎（肺脾气虚型）等疾病的预防及恢复期的调治^[1]，具有增强机体免疫功能、调整胃肠功能、促进骨骼造血功能，加速红细胞产生等作用^[2]，但该制剂原有质量标准仅包括黄芪、金银花、蜜麸炒白术的TLC定性鉴别，无含量测定项。为了完善金芪清疏颗粒质量控制标准，本实验建立金银花、黄芩、柴胡、太子参、甘草的TLC定性鉴别，并以甘草苷为内标，一测多评法测定绿原酸、黄芩苷、甘草酸铵的含量，以期为该制剂后续成果转化奠定基础，也为其他中药制剂质量标准提升提供参考。

1 材料

1.1 仪器 高效液相色谱仪（型号 Agilent 1260 Infinity II，美国 Agilent 公司；型号 Waters 2695，美国 Waters 公司）；电子分析天平（型号 BSA124S、SQP）、水分测定仪（型号 MA37-1CN）（德国 Sartorius 公司）；微量天平（型号 XPR3DUE，瑞士 Mettler-Toledo 公司）；低速离心机（型号 TDL-40B，上海安亭科学仪器厂）；数控超声清洗设备（型号 KQ-500DE，昆山市超声仪器有限公司）；恒温水浴锅

（型号 HWS-26，宁波沙鹰科学仪器有限公司）；电热鼓风干燥箱（型号 DHG-9070A）、回旋振荡器（型号 WSZ-200A）（上海一恒科学仪器有限公司）；超纯水器（型号 GWA-UP1-F，北京普析通用仪器有限责任公司）；薄层成像系统（型号 GOODSEE-20E，上海科哲生化科技有限公司）。

1.2 试剂与药物 金芪清疏颗粒（批号 202212031203、202212081203、202301011203，上海万仕诚药业有限公司）。金银花（批号 121060-202408）、黄芩（批号 120955-202411）、北柴胡（批号 120992-202409）、太子参（批号 121004-202309）、甘草（批号 120904-202421）对照药材及绿原酸（纯度 96.3%，批号 110753-202319）、黄芩苷（纯度 97.2%，批号 110715-202323）、甘草苷（纯度 95.2%，批号 111610-202409）、甘草酸铵（纯度 93.2%，批号 110731-202322）对照品（中国食品药品检定研究院）。大孔吸附树脂 D101（批号 JS243324，上海源叶生物科技有限公司）。磷酸为色谱纯（85%~90%，批号 D2320941，上海阿拉丁生化科技股份有限公司）；甲醇（批号 6508EW17）、乙腈（批号 6308EU01）均为分析纯（安徽时联特种溶剂股份有限公司）。

2 方法与结果

2.1 TLC 定性鉴别

2.1.1 金银花 参照文献[3]报道，取本品3批，每批3g，研细，粉末置于具塞磨口锥形瓶中，加入20mL甲

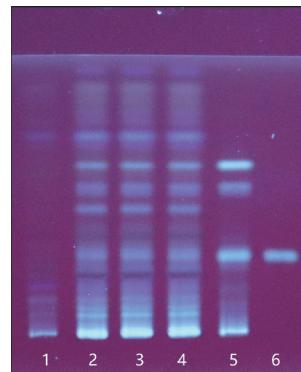
收稿日期：2025-09-11

基金项目：上海市医院中药制剂产业转化协同创新中心项目（KY110.01.408）；上海市卫生健康委员会中医药科研项目（2024QN013）；上海市“科技创新行动计划”生物医药科技支撑专项（23S21900700）；上海市中医药高层次人才引领计划（RY410.18.02.02）；上海中医药大学科技发展项目（24KFL078）；2025年度药膳专项科研基金项目（2025-ZYYS-05）

作者简介：章樟俊（1984—），男，硕士，主管药师，研究方向为医院药学和中药临床药学。E-mail：geniuszyj@sohu.com

*通信作者：年华（1978—），男，博士，主任药师，研究方向为医院药学和中药临床药学。E-mail：jackynian@126.com
王振伟（1980—），男，博士，主任医师，研究方向为中西医结合治疗肺系疾病。E-mail：luckytem@126.com

醇, 分别以 250 W、35 kHz 的功率、频率超声处理 20 min, 放冷至室温, 定性滤纸过滤, 滤液即为供试品溶液; 准确称取金银花对照药材 2 g, 加入 50 mL 纯水, 煎煮 30 min, 定性滤纸过滤, 滤液蒸干, 按供试品溶液制备方法将残渣制成对照药材溶液; 取绿原酸对照品 1 mg, 置于 1 mL 量瓶中, 甲醇定容至刻度, 制成对照品溶液; 按处方及工艺制备缺金银花的阴性样品, 按供试品溶液制备方法制成阴性样品溶液。参照 2020 年版《中国药典》四部通则 0502, 取上述溶液各 1 μ L, 点样于同一硅胶 G 薄层板 (20 cm \times 20 cm), 以乙酸丁酯-甲酸-水混合溶剂 (7 : 2.5 : 2.5) 静置分层后的上层有机相为展开剂, 点样后将薄层板置于预先饱和的展开缸中, 待展开前沿到达预定位置后立即取出, 室温自然干燥, 在紫外分析仪中 365 nm 激发波长下观察, 结果见图 1。由此可知, 供试品在对照药材、对照品相同位置处呈现蓝色荧光斑点。



注: 1 为缺金银花阴性样品, 2~4 为供试品 (批号 202212031203、202212081203、202301011203), 5 为金银花对照药材, 6 为绿原酸对照品。

图 1 金银花 TLC 色谱图

2.1.2 黄芩 参照文献 [4] 报道, 取本品 3 批, 每批 6 g, 研细, 粉末置于具塞磨口锥形瓶中, 加入 20 mL 乙醇, 分别以 250 W、35 kHz 的功率、频率超声处理 20 min, 定性滤纸过滤, 滤液蒸干, 残渣用 20 mL 纯水溶解, 盐酸调节 pH 至 2~3, 乙酸乙酯振摇提取 2 次, 每次 20 mL, 合并乙酸乙酯提取液, 蒸干, 残渣加 1 mL 甲醇溶解, 制成供试品溶液; 准确称取黄芩对照药材 0.5 g, 转移至具塞磨口锥形瓶中, 加入 20 mL 乙醇, 按供试品溶液制备方法制备对照药材溶液; 取黄芩苷对照品 1 mg, 置于 1 mL 量瓶中, 甲醇定容至刻度, 制成对照品溶液; 按处方及工艺制备缺黄芩的阴性样品, 按供试品溶液制备方法制备阴性样品溶液。参照 2020 年版《中国药典》四部通则 0502, 取上述溶液各 10 μ L, 点样于同一硅胶 G 薄层板, 以乙酸乙酯-丁酮-甲酸-水混合溶剂 (5 : 3 : 3 : 1) 为展开剂, 点样后将薄层板从展开缸中取出, 在 25 ℃ 下自然晾干, 喷雾器均匀施加 1% 三氯化铁乙醇溶液作为显色剂, 结果见图 2。由此可知, 供试品在对照药材、对照品相同位置处呈现墨绿色斑点。

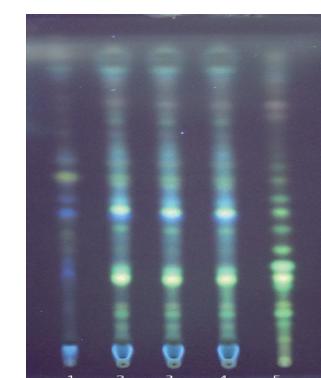
2.1.3 柴胡 参照文献 [4] 报道, 取本品 3 批, 每批 5 g, 研细, 粉末置于具塞磨口锥形瓶中, 加入 20 mL 纯水



注: 1 为缺黄芩阴性样品, 2~4 为供试品 (批号 202212031203、202212081203、202301011203), 5 为黄芩对照药材, 6 为黄芩苷对照品。

图 2 黄芩 TLC 色谱图

溶解, 4 000 r/min 离心 5 min, 取上清液, 湿法加载至聚酰胺柱 (100~200 目, 填料量 8 g, 内径 2.5~3 cm) 上, 用纯水、20% 乙醇、50% 乙醇各 100 mL 洗脱, 收集 50% 乙醇洗脱液, 蒸干, 残渣中加入 1 mL 甲醇溶解, 制成供试品溶液; 准确称取柴胡对照药材 1 g, 加入适量纯化水后置于水浴锅中回流提取 1.5 h, 提取液经定性滤纸过滤, 转移至蒸发皿中, 加热浓缩至 10 mL, 湿法上样技术将浓缩液加载至聚酰胺层析柱 (100~200 目, 填料量 4 g, 内径 2 cm) 上, 依次用 100 mL 纯水、150 mL 50% 乙醇梯度洗脱, 收集 50% 乙醇洗脱组分, 水浴蒸发浓缩至干, 所得残留物用 1 mL 甲醇充分溶解, 制成对照药材溶液; 按照标准制备工艺制备缺柴胡的阴性样品, 按供试品溶液制备方法制备阴性样品溶液。参照 2020 年版《中国药典》四部通则 0502, 取上述溶液各 5 μ L, 点样于同一硅胶 G 薄层板, 以乙酸乙酯-乙醇-水 (12 : 2 : 1) 混合溶剂为展开剂, 点样后取出薄层板, 室温干燥, 以含 5% 对二甲氨基苯甲醛的 10% 硫酸乙醇为显色剂, 适当加热后斑点显色清晰, 然后在紫外分析仪中 365 nm 激发波长下观察, 结果见图 3。由此可知, 供试品在对照药材相同位置处呈现亮黄色斑点。

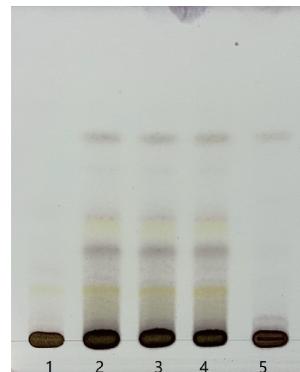


注: 1 为缺柴胡阴性样品, 2~4 为供试品 (批号 202212031203、202212081203、202301011203), 5 为柴胡对照药材。

图 3 柴胡 TLC 色谱图

2.1.4 太子参 参照文献 [5] 报道, 取本品 3 批, 每批

5 g, 研细, 粉末置于具塞磨口锥形瓶中, 加入 40 mL 纯化水, 在 100 ℃ 水浴锅上加热回流 60 min, 放冷至室温, 定性滤纸过滤, 滤液经 D101 大孔吸附树脂柱 (内径 1.5 cm, 柱高 10 cm), 以 200 mL 纯化水洗脱, 弃去洗脱液, 用 100 mL 乙醇继续洗脱, 收集洗脱液, 蒸干, 残渣加 1 mL 甲醇完全溶解, 作为供试品溶液; 准确称取太子参对照药材 2.0 g, 转移至具塞磨口锥形瓶中, 加入 20 mL 超纯水, 按供试品溶液制备方法制成对照药材溶液; 按处方及工艺制备缺太子参的阴性样品, 按供试品溶液制备方法制成阴性样品溶液。参照 2020 年版《中国药典》四部通则 0502, 取上述溶液各 10 μL, 点样于同一硅胶 G 薄层板上, 以甲苯-乙酸乙酯 (1:1) 混合溶剂为展开剂, 点样后取出薄层板, 室温静置干燥, 以香草醛-硫酸溶液为显色剂, 置于 105 ℃ 恒温烘箱中加热至斑点显色清晰, 结果见图 4。由此可知, 供试品与对照药材相同位置处呈现棕色斑点。



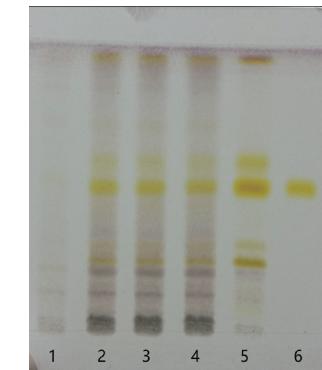
注: 1 为缺太子参阴性样品, 2~4 为供试品 (批号 202212031203、202212081203、202301011203), 5 为太子参对照药材。

图 4 太子参 TLC 色谱图

2.1.5 甘草 参照文献 [6] 报道, 取本品 3 批, 每批 2 g, 研细, 粉末置于具塞磨口锥形瓶中, 加入 20 mL 纯化水溶解, 水饱和正丁醇振摇提取 2 次, 每次 20 mL, 合并正丁醇液, 蒸干, 残渣加 5 mL 甲醇溶解, 制成供试品溶液; 取甘草对照药材 0.5 g, 置于具塞磨口锥形瓶中, 加入 50 mL 纯化水, 在 100 ℃ 水浴锅上加热煮沸 30 min, 定性滤纸过滤, 蒸发皿收集滤液, 在 100 ℃ 水浴锅上加热浓缩至约 20 mL, 按供试品溶液制备方法制成对照药材溶液; 精密称取甘草苷对照品 2 mg, 置于 1 mL 量瓶中, 乙醇制成 2 mg/mL 对照品溶液; 按处方及工艺制备缺甘草的阴性样品, 按供试品溶液制备方法制成阴性样品溶液。参照 2020 年版《中国药典》四部通则 0502, 吸取上述溶液各 2 μL, 点样于同一硅胶 G 薄层板上, 以乙酸乙酯-甲酸-冰醋酸-水 (15:1:1:2) 混合溶剂为展开剂, 点样后取出薄层板, 室温干燥后均匀喷洒香草醛硫酸显色剂, 置于 105 ℃ 恒温干燥箱中加热至斑点充分显色, 结果见图 5。由此可知, 供试品在对照品、对照药材相同位置处呈现黄色斑点。

2.2 HPLC 含量测定

2.2.1 色谱条件 Athena C₁₈-WP 色谱柱 (4.6 mm×250 mm, 5 μm); 流动相乙腈 (A)-0.1% 磷酸 (B), 梯度洗



注: 1 为缺甘草阴性样品, 2~4 为供试品 (批号 202212031203、202212081203、202301011203), 5 为甘草对照药材, 6 为甘草苷对照品。

图 5 甘草 TLC 色谱图

脱 (0~12 min, 8%~12% A; 12~30 min, 12%~30% A; 30~45 min, 30%~33% A; 45~55 min, 33%~65% A; 55~60 min, 65%~70% A; 60~65 min, 70%~80% A; 65~66 min, 80%~8% A; 66~71 min, 8% A); 体积流量 1 mL/min; 柱温 30 ℃; 检测波长 237 nm; 进样量 5 μL。

2.2.2 溶液制备

2.2.2.1 对照品溶液 精密称取绿原酸、黄芩苷、甘草苷、甘草酸铵对照品适量, 置于 10 mL 量瓶中, 甲醇定容至刻度, 摆匀, 即得 (各成分质量浓度分别为 0.947 4、1.900 2、0.475 9、0.705 4 mg/mL)。

2.2.2.2 供试品溶液 精密称取本品 (批号 202212081203) 2 g, 研细, 置于具塞锥形瓶中, 精密加入 25 mL 30% 甲醇, 密塞, 称定质量, 480 W、40 kHz 超声处理 30 min, 冷却至室温, 30% 甲醇补足减失的质量, 充分混匀, 定量滤纸过滤, 收集续滤液, 即得。

2.2.2.3 阴性样品溶液 按处方比例和制备工艺, 分别制成缺金银花、缺黄芩、缺甘草的阴性样品, 按“2.2.2.2”项下方法制备, 即得。

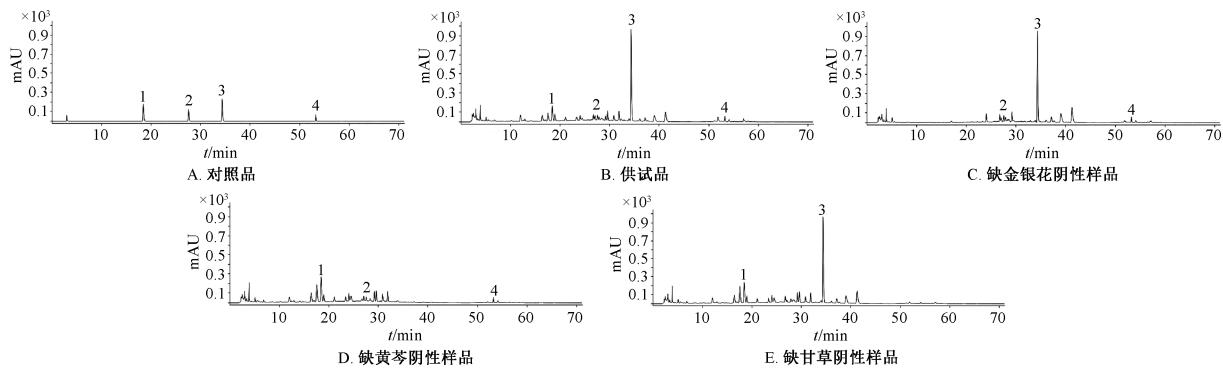
2.2.3 专属性试验 精密移取“2.2.2”项下对照品、供试品、阴性样品溶液适量, 在“2.2.1”项色谱条件下进样测定, 结果见图 6。由此可知, 各成分色谱峰分离效果理想, 阴性无干扰, 表明该方法专属性良好。

2.2.4 方法学考察

2.2.4.1 线性关系考察 精密吸取“2.2.2.1”项下对照品溶液 1 mL, 置于 2 mL 量瓶中, 30% 甲醇稀释并定容, 等比例稀释 5 次, 得到系列质量浓度溶液, 在“2.2.1”项色谱条件下进样测定。以对照品峰面积 (Y) 对其进样量 (X) 进行回归, 结果见表 1, 可知各成分在各自范围内线性关系良好。

表 1 各成分线性关系

成分	回归方程	R ²	线性范围/(μg·mL ⁻¹)
绿原酸	$Y=1.275.0X+49.713$	0.999 9	29.61~947.40
黄芩苷	$Y=1.333.3X+92.204$	0.999 8	59.38~1900.16
甘草苷	$Y=2.022.5X+92.204$	0.999 8	14.87~475.90
甘草酸铵	$Y=608.5X+16.486$	0.999 8	22.04~705.43



1. 绿原酸 2. 甘草苷 3. 黄芩苷 4. 甘草酸铵

图6 各成分HPLC色谱图

2.2.4.2 精密度试验 按“2.2.2.1”项下方法制备对照品溶液，在“2.2.1”项色谱条件下进样测定6次，测得绿原酸、黄芩苷、甘草苷、甘草酸铵峰面积RSD分别为0.17%、0.62%、0.20%、0.17%，表明仪器精密度良好。

2.2.4.3 重复性试验 取本品（批号202212081203）适量，按“2.2.2.2”项下方法平行制备6份供试品溶液，在“2.2.1”项色谱条件下进样测定，测得绿原酸、黄芩苷、甘草苷、甘草酸铵含量RSD分别为0.16%、0.11%、0.85%、0.10%，表明该方法重复性良好。

2.2.4.4 稳定性试验 取“2.2.4.3”项下供试品溶液适量，于0、2、4、8、12、18、24 h在“2.2.1”项色谱条件下进样测定，测得绿原酸、黄芩苷、甘草苷、甘草酸铵峰面积RSD分别为0.57%、0.47%、0.28%、0.20%，表明溶液在48 h内稳定性良好。

2.2.4.5 加样回收率试验 取各成分含量已知的本品（批号202212081203）9份，研细，每份精密称取1 g，置于250 mL具塞锥形瓶中，分别按50%、100%、150%水平加入对照品，按“2.2.2.2”项下方法制备供试品溶液，在“2.2.1”项色谱条件下进样测定，计算回收率。结果，绿原酸、黄芩苷、甘草苷、甘草酸铵平均加样回收率分别为97.89%、99.39%、97.98%、97.93%，RSD分别为0.56%、0.75%、0.74%、0.54%。

2.2.5 相对校正因子计算 取“2.2.2.1”项下对照品溶液适量，在“2.2.1”项色谱条件下进样测定6次，以甘草苷为内标，计算相对校正因子 $f_{k/s}$ ，公式^[7]为 $f_{k/s} = f_k/f_s = (C_k A_s) / (C_s A_k)$ ，其中 C_k 为其他成分含量， A_k 为其他成分峰面积， C_s 为内标含量， A_s 为内标峰面积，结果见表2。

2.2.6 耐用性试验

2.2.6.1 仪器、色谱柱 分别计算Kromasil 100-5-C₁₈、InertSustain C₁₈、Athena C₁₈-WP色谱柱（4.6 mm×250 mm, 5 μm）在Agilent 1260 Infinity II、Waters 2695色谱仪上的相对校正因子，结果见表3，可知均无明显差异（RSD<5%）。

2.2.6.2 柱温 分别考察30、35、40 °C对相对校正因子的影响，结果见表4，可知均无明显差异（RSD<2%）。

表2 各成分相对校正因子

编号	$f_{L/G}$	$f_{H/G}$	$f_{S/G}$
1	1.206	1.530	3.342
2	1.196	1.526	3.325
3	1.194	1.523	3.326
4	1.184	1.522	3.327
5	1.177	1.521	3.327
6	1.174	1.517	3.324
平均值	1.189	1.523	3.328
RSD/%	1.03	0.28	0.20

注：L、H、S、G分别为绿原酸、黄芩苷、甘草酸铵、甘草苷。

表3 不同仪器、色谱柱对相对校正因子的影响

仪器	色谱柱	$f_{L/G}$	$f_{H/G}$	$f_{S/G}$
Agilent 1260 Infinity II	Kromasil 100-5-C ₁₈	1.186	1.524	3.342
	InertSustain C ₁₈	1.182	1.521	3.338
	Athena C ₁₈ -WP	1.189	1.523	3.328
Waters 2695	Kromasil 100-5-C ₁₈	1.235	1.580	3.574
	InertSustain C ₁₈	1.235	1.577	3.564
	Athena C ₁₈ -WP	1.237	1.579	3.548
平均值		1.211	1.551	3.449
	RSD/%	2.27	1.98	3.60

注：L、H、S、G分别为绿原酸、黄芩苷、甘草酸铵、甘草苷。

表4 不同柱温对相对校正因子的影响

柱温/°C	$f_{L/G}$	$f_{H/G}$	$f_{S/G}$
30	1.196	1.526	3.339
35	1.189	1.523	3.328
40	1.193	1.528	3.327
平均值	1.193	1.526	3.331
RSD/%	0.29	0.16	0.20

注：L、H、S、G分别为绿原酸、黄芩苷、甘草酸铵、甘草苷。

2.2.6.3 体积流量 分别考察0.9、1.0、1.1 mL/min对相对校正因子的影响，结果见表5，可知均无明显差异（RSD<2%）。

2.2.7 色谱峰定位 以甘草苷为内标，精密吸取“2.2.2.1”项下对照品溶液适量，在“2.2.6.1”项仪器、色谱柱下测定相对保留时间，公式为相对保留时间=RT_z/

RT_E, 其中 RT_Z 为各成分保留时间, RT_E 为内标保留时间, 结果见表 6, 可知均无明显差异 (RSD<5%)。

表 5 体积流量对相对校正因子的影响

体积流量/(mL·min ⁻¹)	f _{L/G}	f _{H/G}	f _{S/G}
0.9	1.194	1.523	3.327
1.0	1.189	1.523	3.328
1.1	1.189	1.525	3.332
平均值	1.191	1.524	3.329
RSD/%	0.24	0.08	0.08

注: L、H、S、G 分别为绿原酸、黄芩苷、甘草酸铵、甘草苷。

2.2.8 样品含量测定 取 3 批样品, 按“2.2.2.2”项下方法制备供试品溶液, 在“2.2.1”项色谱条件下进样测定, 分别采用外标法、一测多评法计算含量, 结果见表 7,

表 7 各成分含量测定结果 (mg/g)

成分	202212031203			202212081203			202301011203		
	外标法	一测多评法	RE/%	外标法	一测多评法	RE/%	外标法	一测多评法	RE/%
绿原酸	2.470 4	2.490 6	0.82	2.185 3	2.198 2	0.59	1.872 4	1.885 6	0.70
黄芩苷	17.704 2	17.727 8	0.13	19.384 6	19.402 6	0.09	19.652 6	19.687 8	0.18
甘草苷	0.592 8	—	—	0.689 2	—	—	0.540 6	—	—
甘草酸铵	1.330 6	1.339 2	0.65	1.325 9	1.336 2	0.78	1.260 2	1.266 4	0.49

3 讨论

3.1 指标成分、内标选择 金芪清疏颗粒中, 黄芪益气固表, 金银花清热解毒^[8], 共为君药; 黄芩清热解毒^[9], 柴胡疏肝解郁^[10], 共为臣药; 太子参^[11]、白茯苓^[12]、蜜麸炒白术^[13]补气健脾, 增强补中益气之功的同时又能养阴, 而佩兰健脾祛湿, 引邪外出, 防风散风御邪, 共为佐药; 焦甘草调和诸药, 为使药^[14], 本实验选择绿原酸^[15]、黄芩苷^[16]、甘草苷^[17]、甘草酸铵作为含量测定指标, 可为全面控制该制剂质量提供关键依据。另外, 甘草苷性质稳定, 对照品价廉易得, 并且其色谱峰峰形良好, 出峰稳定, 保留时间居中, 能较好地校正图谱, 符合相关要求^[18-20], 故选择其作为内标。

3.2 色谱条件优化 本实验发现, 以乙腈-0.1% 磷酸为流动相梯度洗脱时, 各成分色谱峰分离效果良好; 在 237 nm 波长下分析时, 能全面涵盖各成分检测波长。再分别考察不同体积分数 (100%、70%、50%、30%) 甲醇、超声提取时间 (15、30、45 min), 发现 30% 甲醇超声提取 30 min 为最优方案。

3.3 含量测定方法选择 与外标法比较, 一测多评法在降低对照品的成本及缩短实验操作的时间上均体现较大优势, 适用于成分复杂的中药制剂。因此, 本实验采用该方法测定甘草苷、绿原酸、黄芩苷、甘草酸铵的含量。

4 结论

本实验通过 TLC 法定性鉴别和一测多评法含量测定提升金芪清疏颗粒质量标准, 能同时兼顾方中君、臣、佐、使各药味, 为全面评价该制剂质量提供了科学依据, 也为后续成果转化及上市后多中心临床再评价提供了技术支持。

可知 2 种方法所得结果接近 [相对误差 (RE) 均小于 2%], 表明一测多评法可用于含量测定。

表 6 不同仪器、色谱柱对相对保留时间的影响

仪器	色谱柱	f _{L/G}	f _{H/G}	f _{S/G}	
Agilent 1260 Infinity II	Kromasil 100-5-C ₁₈	0.615	1.297	2.072	
	InertSustain C ₁₈	0.602	1.272	2.022	
	Athena C ₁₈ -WP	0.664	1.248	1.941	
	Waters 2695	Kromasil 100-5-C ₁₈	0.625	1.278	
		InertSustain C ₁₈	0.616	1.256	
		Athena C ₁₈ -WP	0.676	1.231	
平均值		0.663	1.264	1.990	
RSD/%		4.71	1.86	3.16	

注: L、H、S、G 分别为绿原酸、黄芩苷、甘草酸铵、甘草苷。

参考文献:

- [1] 许玲, 季思勤, 郑月娟, 等. 金芪清疏方治疗肺脾气虚型社区获得性肺炎的临床疗效及对血清炎症因子和免疫功能的影响 [J]. 河北中医, 2025, 47(1): 20-25.
- [2] 陈金涛, 乔子婴, 马明华, 等. 基于网络药理学和分子对接技术研究金芪清疏颗粒治疗社区获得性肺炎的潜在机制 [J]. 药学实践与服务, 2024, 42(11): 471-478.
- [3] 国家药品监督管理局. 金银花配方颗粒 [S]. 2021.
- [4] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典: 2020 年版一部 [S]. 北京: 中国医药科技出版社, 2020.
- [5] 梁凤兰, 马德运, 李敏钗. 薄层色谱法 (TLC) 对益气健脾口服液中太子参成分的快速鉴别 [J]. 肇庆学院学报, 2019, 40(2): 51-55.
- [6] 国家药品监督管理局. 甘草 (甘草) 配方颗粒 [S]. 2021.
- [7] 李怀伟, 王劲, 任仲丽, 等. 一测多评法同时测定蒲元和胃胶囊中 7 种成分含量 [J]. 中国药业, 2024, 33(9): 110-114.
- [8] 刘洪涛, 陈梦涵, 孙启慧, 等. 基于网络药理学和分子对接的金银花抗新型冠状病毒肺炎活性成分及机制研究 [J]. 药物评价研究, 2024, 47(11): 2459-2474.
- [9] 高鑫, 尹柏坤, 左军. 黄芩提取物及其有效成分的药理作用研究进展 [J]. 中医药学报, 2025, 53(3): 112-117.
- [10] 马萌萌, 关徐涛, 孙士玲, 等. 逍遥散化学成分、药理作用、临床应用的研究进展以及质量标志物预测 [J/OL]. 中华中医药学刊, 1-23 [2025-09-10] (2025-08-15). <https://link.cnki.net/urlid/21.1546.R.20250814.1720.033>.
- [11] 倪建成, 范永飞, 叶祖云. 太子参化学成分、药理作用和应用的研究进展 [J]. 中草药, 2023, 54(6): 1963-1977.
- [12] 王嘉蕊, 张甜, 蓝鑫, 等. 茯苓化学成分、药理活性、药食同源应用研究进展 [J/OL]. 中成药, 1-6 [2025-09-117]

- [10] (2025-04-18). <https://link.cnki.net/urlid/31.1368.R.20250417.1731.004>.
- [13] 陈果, 樊梅, 孙华政, 等. 白术及其药对研究进展 [J/OL]. 中华中医药学刊, 1-17 [2025-09-10] (2025-06-06). <https://link.cnki.net/urlid/21.1546.R.20250606.1121.004>.
- [14] 罗子宸, 张雯, 杨瑞, 等. 甘草“调和诸药”生物药剂学机制的研究进展 [J]. 中草药, 2021, 52(1): 267-277.
- [15] 于红红, 姚佳倩, 杨韵琪, 等. 绿原酸调控 AMPK/SIRT1 通路对 ox-LDL 诱导的泡沫细胞自噬及炎症反应的影响 [J/OL]. 中药材, 2025 (2): 462-467 [2025-09-10] (2025-02-26). <https://doi.org/10.13863/j.issn1001-4454.2025.02.031>.
- [16] 吕芳, 薛玉叶, 宁建涛, 等. 黄芩苷纳米晶改善老年小鼠皮肤炎症活性的研究 [J]. 临床药物治疗杂志, 2025, 23(8): 29-34.
- [17] 伏厚宇, 刘江宇, 揭立士, 等. 甘草苷调控 PI3K/Akt 信号通路促进 M2 型巨噬细胞极化缓解膝骨关节炎小鼠滑膜炎症的机制研究 [J/OL]. 中国中药杂志, 1-12 [2025-09-10] (2025-06-11). <https://doi.org/10.19540/j.cnki.cjcm.20250605.401>.
- [18] 何冬梅, 王鹏, 曹翠萍, 等. 一测多评法同时测定黄连解毒汤中 7 种生物碱的含量 [J]. 中成药, 2025, 47(3): 727-732.
- [19] 刘园, 宁致远, 陆晨曦, 等. 基于一测多评法同时测定经典名方小陷胸汤中 9 种成分含量 [J]. 中国药学杂志, 2025, 60(2): 172-179.
- [20] 申凤霞, 马云, 李倩, 等. 基于一测多评法的不同药材中 6 个环烯醚萜苷类成分的含量测定研究 [J]. 天然产物研究与开发, 2025, 37(1): 122-130; 164.

基于 HPLC 指纹图谱、含量测定、化学模式识别评价白花泡桐叶质量

李雨虹¹, 郭洪伟², 李明³, 肖育喜³, 黄佳¹, 龙国清^{3*}, 魏华^{1,3,4*}

(1. 吉首大学生命科学学院, 湖南 吉首 416000; 2. 湘西自然生物科技有限公司, 湖南 吉首 416000; 3. 吉首大学药学院, 湖南 吉首 416000; 4. 湖南省土家医药研究中心, 湖南 吉首 416000)

摘要: 目的 评价白花泡桐叶质量。方法 建立 HPLC 指纹图谱, 测定毛蕊花糖苷含量, 进行聚类分析、主成分分析、正交偏最小二乘法-判别分析。结果 19 批药材指纹图谱中有 23 个共有峰, 指认了其中 1 个, 相似度均大于 0.924。毛蕊花糖苷在 375~6 000 ng 范围内线性关系良好 ($R^2 = 0.9998$), 平均加样回收率为 99.54%, RSD 为 1.39%。各批药材聚为 3 类, 3 个主成分累积方差贡献率为 86.067%, 差异标志物有 5 个。结论 该方法适用性强, 重复性、稳定性良好, 可用于白花泡桐叶的质量控制。

关键词: 白花泡桐叶; 质量评价; HPLC 指纹图谱; 含量测定; 聚类分析; 主成分分析; 正交偏最小二乘法-判别分析

中图分类号: R282

文献标志码: B

文章编号: 1001-1528(2025)12-4118-05

doi: 10.3969/j.issn.1001-1528.2025.12.036

白花泡桐叶为玄参科泡桐属植物白花泡桐 *Paulownia fortunei* (Seem.) Hemsl. 的干燥叶片^[1], 其根能祛风止痛, 主治风湿热痹、筋骨疼痛、扭伤; 果可化痰止咳, 主治慢性支气管炎、咳嗽; 叶、花能消肿解毒, 主治疗肿瘤毒、痈疽^[2]。现代药理研究表明, 白花泡桐主要具有抗菌^[3]、抗炎^[4]、抗肿瘤^[5-6]、抗氧化^[7]、降压^[8]、抗皮肤老化^[9]、抗寄生虫^[10]等作用。

白花泡桐叶作为土家族常用的治疗烧烫伤药物^[11], 其临床疗效显著, 被收入《湖南省中药材标准》(2009 版), 虽有以熊果酸为指标的 TLC 定性鉴别、含量测定方法, 但

该成分作为广谱性三萜类化合物, 广泛存在于多种药用植物中, 缺乏物种特异性, 而且中药具有协同作用的特征, 单一成分难以全面反映其整体质量。指纹图谱是一种基于整体化学成分的系统表征方法, 可实现对中药物质基础的专属性、整体性评价^[12]。因此, 本实验建立白花泡桐叶 HPLC 指纹图谱, 测定毛蕊花糖苷含量, 并进行聚类分析、主成分分析、正交偏最小二乘法-判别分析, 以期为该药材质量标准提升提供科学依据和技术支持。

1 材料

1.1 仪器 Agilent 1260 Infinity II 高效液相色谱仪 (美国

收稿日期: 2025-08-13

基金项目: 国家自然科学基金 (81960774); 湖南省教育厅优秀青年项目 (24B0502); 湖南省土家医药研究中心开放项目 (201901); 湖南省研究生科研创新项目 (CX20240933)

作者简介: 李雨虹 (2001—), 女, 硕士生, 从事中药化学成分研究。E-mail: 1450177353@qq.com

* 通信作者: 龙国清 (1995—), 男, 博士, 讲师, 从事天然产物化学及其活性研究。E-mail: sylongguoqing@163.com

魏华 (1981—), 男, 博士, 教授, 从事民族药活性成分及其开发利用研究。Tel: (0743) 8564416, E-mail: weihua20@126.com