

中图分类号: R932; R284.1; R286.0 文献标志码: A 文章编号: 1006-4931(2024)09-0096-05
doi:10.3969/j.issn.1006-4931.2024.09.020



一测多评法同时测定半枝莲配方颗粒中5种黄酮类成分含量*

钟华青¹, 宋辉¹, 张盛², 胡云飞^{3,4Δ}

(1. 皖南医学院附属铜陵医院·安徽省铜陵市立医院, 安徽 铜陵 244000; 2. 安徽中医药大学, 安徽 合肥 230012; 3. 亳州学院, 安徽 亳州 236800; 4. 天津中医药大学, 天津 301600)

摘要:目的 建立同时测定半枝莲配方颗粒中野黄芩苷、黄芩苷、野黄芩素、柚皮素、芹菜素5种黄酮类成分含量的一测多评法。方法 半枝莲配方颗粒经80%甲醇超声提取, 色谱柱为Agilent Eclipse XDB C₁₈柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm), 流动相为甲酸水溶液(pH 2.5) - 甲醇(65:35, V/V), 流速为0.8 mL/min, 柱温为30 °C, 检测波长为280 nm, 进样量为10 μL。以野黄芩苷为参照, 建立与黄芩苷、野黄芩素、柚皮素、芹菜素的相对保留时间和相对校正因子, 并测定9批半枝莲配方颗粒中5种黄酮类成分的含量。结果 黄芩苷、野黄芩素、柚皮素、芹菜素、野黄芩苷的质量浓度分别在1.58~50.63 μg/mL($r=0.999$)、6.33~101.25 μg/mL($r=0.999$)、1.57~50.25 μg/mL($r=0.998$)、1.45~46.50 μg/mL($r=0.998$)、28.14~900.50 μg/mL($r=0.997$)范围内与峰面积线性关系良好; 平均加样回收率分别为97.44%, 96.78%, 100.59%, 96.01%, 95.33%, RSD分别为1.79%, 1.67%, 2.86%, 1.79%, 1.35%($n=6$); 精密度、重复性、稳定性试验结果的RSD均小于3.00%($n=6$)。不同高效液相色谱仪和色谱柱测定的黄芩苷、野黄芩素、柚皮素、芹菜素相对于野黄芩苷的相对保留时间、相对校正因子的RSD均小于3.00%($n=9$)。外标法和一测多评法测定9批半枝莲配方颗粒中5种黄酮类成分的含量相对偏差均不超过1.48%($n=9$)。结论 该方法简单可靠、结果准确, 可用于半枝莲配方颗粒中5种黄酮类成分的含量测定。

关键词:一测多评法; 高效液相色谱法; 半枝莲配方颗粒; 野黄芩苷; 黄芩苷; 野黄芩素; 柚皮素; 芹菜素; 含量测定

Content Determination of Five Flavonoids in Banzhilian Formula Granules by QAMS

ZHONG Huaqing¹, SONG Hui¹, ZHANG Sheng², HU Yunfei^{3,4}

(1. Tongling Municipal Hospital · Tongling Hospital Affiliated to Wannan Medical College, Tongling, Anhui, China 244000; 2. Anhui University of Traditional Chinese Medicine, Hefei, Anhui, China 230012; 3. Bozhou University, Bozhou, Anhui, China 236800; 4. Tianjin University of Traditional Chinese Medicine, Tianjin, China 301600)

Abstract: Objective To establish a quantitative analysis of multi-components by single-marker (QAMS) method for the simultaneous determination of five flavonoids (scutellarin, baicalin, scutellarein, naringin, and apigenin) in Banzhilian Formula Granules. **Methods** The Banzhilian Formula Granules were extracted by ultrasound with 80% methanol, the chromatographic column was Agilent Eclipse XDB C₁₈ column (250 mm × 4.6 mm, 5 μm), the mobile phase was formic acid solution (pH 2.5) - methanol (65 : 35, V / V), the flow rate was 0.8 mL / min, the column temperature was 30 °C, the detection wavelength was 280 nm, and the injection volume was 10 μL. With scutellarin as the reference, the relative retention time and relative correction factors of baicalin, scutellarein, naringin and apigenin were respectively established, and the contents of five flavonoids in nine batches of Banzhilian Formula Granules were determined. **Results** The linear ranges of baicalin, scutellarein, naringin, apigenin, and scutellarin were 1.58 - 50.63 μg / mL ($r = 0.999$), 6.33 - 101.25 μg / mL ($r = 0.999$), 1.57 - 50.25 μg / mL ($r = 0.998$), 1.45 - 46.50 μg / mL ($r = 0.998$), and 28.14 - 900.50 μg / mL ($r = 0.997$), respectively. The average recoveries of baicalin, scutellarein, naringin, apigenin, and scutellarin were 97.44%, 96.78%, 100.59%, 96.01%, and 95.33% with RSDs of 1.79%, 1.67%, 2.86%, 1.79%, and 1.35% ($n = 6$), respectively. The RSDs of precision, repeatability, and stability test results were all lower than 3.00% ($n = 6$). The RSDs of relative retention time and relative correction factor of baicalin, scutellarein, naringin, and apigenin measured by different high-performance liquid chromatography systems and columns were all lower than 3.00% ($n = 9$). The relative deviation of the content of five flavonoids in nine batches of Banzhilian Formula Granules determined by the external standard method and the QAMS method was not higher than 1.48% ($n = 9$). **Conclusion** This method is simple, reliable, and accurate, which can be used for the simultaneous determination of five flavonoids in Banzhilian Formula Granules.

Key words: QAMS; HPLC; Banzhilian Formula Granules; scutellarin; baicalin; scutellarein; naringin; apigenin; content determination

半枝莲为唇形科黄芩属植物半枝莲 *Scutellaria barbata* D. Don 的干燥全草^[1], 味辛、苦, 性寒, 主要归肺

* 基金项目: 安徽省教育厅高校自然科学研究项目[KJ2021A1146]; 全国中医临床特色技术传承骨干人才培养项目[国中医药人教函[2019]36号]。

第一作者: 钟华青, 男, 大学本科, 主管中药师, 研究方向为中药临床药理学与质量控制, (电子信箱)519938916@qq.com。

Δ通信作者: 胡云飞, 男, 博士研究生在读, 主管中药师, 研究方向为中药质量控制与评价, (电子信箱)yunfeihu07@163.com。

经,具有清热解毒、化痰、利尿功效^[2-3],含有黄酮类、二萜类、多糖类、挥发油类等化学成分。现代药理学研究显示,半枝莲具有多种药理学活性,包括抗肿瘤、抗病毒、抗氧化、免疫调节、抗阿尔茨海默病等,主要活性物质为黄酮类成分^[4-8]。半枝莲配方颗粒为在饮片基础上制备的中药配方颗粒,质量控制包括野黄芩苷的含量^[9],限制了半枝莲整体质量评价的规范化,且半枝莲药材品质易受产地、采收期、种植方式等多种因素影响^[10]。单一成分难以全面评价中药质量的优劣,通过多指标同步质量控制反映中药质量已成为当前中药质量评价领域的共识。一测多评(QAMS)法是通过测定一种成分,达到多成分同步定量的质量评价模式^[11],可解决外标法对照品难以得到或不稳定、使用量大、检验成本高的不足,实现了多种成分同时定量测定,适合中药质量评价检测特点。本研究中以野黄芩苷为内参物,建立了同时测定半枝莲配方颗粒中黄芩苷、野黄芩素、柚皮素和芹菜素含量的QAMS法,为进一步提高半枝莲配方颗粒整体质量提供科学依据。现报道如下。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

Agilent 1290型液相色谱仪(美国Agilent公司); BT25S型电子天平(精度为0.01 mg),BSA224S-CW型电子天平(精度为0.1 mg),均购自赛多利斯科学仪器(北京)有限公司;Elma S120H型超声仪(德国Elma公司,功率为200 W,频率为37 kHz);UPT-II-10T型优普系列超纯水器(成都超纯科技有限公司)。

1.2 试剂

野黄芩苷对照品(批号为110842-202010,含量为91.5%),黄芩苷对照品(批号为110715-202223,含量为97.2%),芹菜素对照品(批号为111901-202205,含量为98.4%),均购自中国食品药品检定研究院;野黄芩素对照品(批号为20021501,纯度大于98.0%),柚皮素对照品(批号为20022406,纯度大于98.0%),均购自上海纯优生物科技有限公司;甲醇和甲酸均为色谱纯,

其他试剂均为分析纯,水为超纯水;半枝莲配方颗粒(广东一方制药有限公司,规格为每包3.75 g,相当于常规饮片15 g,批号分别为20092183,21082273,19072343,21052233,19031893,21007283,21010543,21010301,20070993,编号为S1-S9)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱:Agilent Eclipse XDB C₁₈柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm);流动相:甲酸水溶液(pH 2.5)-甲醇(65:35, V/V);流速:0.8 mL/min;柱温:30℃;检测波长:280 nm;进样量:10 μL。

2.2 溶液制备

分别取野黄芩苷、黄芩苷、野黄芩素、柚皮素、芹菜素对照品各适量,精密称定,加80%甲醇溶解,制备成上述5种成分质量浓度分别为3.602,0.405,0.810,0.201,0.093 mg/mL的混合对照品贮备液;取各对照品贮备液125 μL,加80%甲醇稀释至4 mL,作为混合对照品溶液。取野黄芩苷对照品5.00 mg,精密称定,置5 mL容量瓶中,加80%甲醇定容,摇匀,作为野黄芩苷对照品溶液。取样品1.5 g,研细,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入80%甲醇50 mL,称定质量,超声30 min,放冷,再次称定质量,加80%甲醇补足减失的质量,摇匀,0.45 μm滤膜滤过,取续滤液,作为供试品溶液。按半枝莲配方颗粒处方比例称取辅料,按生产工艺制备无半枝莲的阴性配方颗粒,按供试品溶液制备方法制备阴性对照品溶液。

2.3 方法学考察

系统适用性试验:取2.2项下供试品溶液、混合对照品溶液和阴性对照品溶液各适量,按2.1项下色谱条件进样测定,记录色谱图。黄芩苷、野黄芩素、柚皮素、芹菜素和野黄芩苷色谱峰均达到基线分离,各相邻化合物的色谱峰分离度均大于1.5,理论板数均大于5000,分离度良好,且阴性对照品溶液对测定无干扰。色谱图见图1。

线性关系考察:精密吸取2.2项下对照品贮备液适

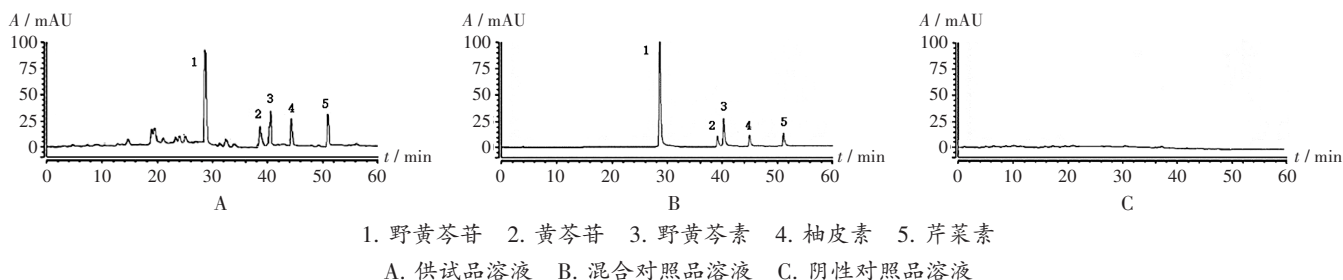


图1 高效液相色谱图

1. Scutellarin 2. Baicalin 3. Scutellarein 4. Naringin 5. Apigenin
A. Test solution B. Mixed reference solution C. Negative reference solution

Fig. 1 HPLC chromatograms

量,等倍稀释,按2.1项下色谱条件进样测定,分别以各化合物的质量浓度($X, \mu\text{g}/\text{mL}$)为横坐标、峰面积(Y)为纵坐标进行线性回归。结果见表1。

表1 线性关系考察结果

Tab. 1 Results of the linear relation test

成分	回归方程	线性范围($\mu\text{g}/\text{mL}$)	r
黄芩苷	$Y = 26.219X + 3.017$	1.58 ~ 50.63	0.999
野黄芩素	$Y = 45.98X - 142.38$	6.33 ~ 101.25	0.999
柚皮素	$Y = 23.426X + 17.24$	1.57 ~ 50.25	0.998
芹菜素	$Y = 24.376X + 13.296$	1.45 ~ 46.50	0.996
野黄芩苷	$Y = 31.567X - 678.37$	28.14 ~ 900.50	0.997

精密度试验:取2.2项下混合对照品溶液适量,按2.1项下色谱条件连续进样测定6次,记录峰面积。结果野黄芩苷、黄芩苷、野黄芩素、柚皮素和芹菜素峰面积的RSD分别为1.14%,1.58%,0.91%,1.25%,2.97%($n = 6$),表明仪器精密度良好。

重复性试验:取样品(批号为20092183)1.5g,精密称定,共6份,按2.2项下方法制备供试品溶液,按2.1项下色谱条件进样测定,记录峰面积。结果野黄芩苷、黄芩苷、野黄芩素、柚皮素和芹菜素峰面积的RSD分别为0.89%,1.03%,0.75%,0.81%,1.57%($n = 6$),表明方法重复性良好。

稳定性试验:取重复性试验项下供试品溶液适量,分别于室温下放置0,4,8,12,18,24h时按2.1项下色谱条件进样测定,记录峰面积。结果野黄芩苷、黄芩苷、野黄芩素、柚皮素和芹菜素峰面积的RSD分别为1.25%,1.29%,1.50%,2.08%,1.46%($n = 6$),表明供试品溶液在室温下放置24h内稳定性良好。

加样回收试验:取已知含量的样品(批号为20092183)0.75g,精密称定,共6份,分别精密加入混合对照品溶液,按2.2项下方法制备供试品溶液,按2.1项下色谱条件进样测定,记录峰面积,计算加样回收率。结果野黄芩苷、黄芩苷、野黄芩素、柚皮素和芹菜素的平均加样回收率分别为95.33%,97.44%,96.78%,100.59%,96.01%,RSD分别为1.35%,1.79%,1.67%,2.86%,1.79%($n = 6$)。

2.4 色谱峰定位确定

色谱峰定位:分别精密吸取2.2项下混合对照品溶液5,10,15 μL ,按2.1项下色谱条件进样测定3次,以野黄芩苷为内标,测定黄芩苷、野黄芩素、柚皮素和芹菜素的相对保留时间(RRT),取平均值。结果上述4种黄酮类化合物相对于野黄芩苷的RRT分别为1.369,1.423,1.526,1.773,RSD分别为0.90%,0.68%,0.72%,0.48%($n = 9$),均小于2.00%,表明各化合物的RRT相对稳定。结果见表2。

表2 黄芩苷、野黄芩素、柚皮素和芹菜素(以野黄芩苷为内标)的相对保留时间

Tab. 2 Relative retention time of baicalin,scutellarein,naringin, and apigenin (with scutellarin as the internal standard)

进样量	黄芩苷	野黄芩素	柚皮素	芹菜素
5 μL	1.345	1.414	1.537	1.776
5 μL	1.373	1.432	1.526	1.778
5 μL	1.362	1.427	1.537	1.784
10 μL	1.371	1.422	1.519	1.769
10 μL	1.379	1.435	1.523	1.773
10 μL	1.384	1.431	1.521	1.764
15 μL	1.357	1.416	1.532	1.781
15 μL	1.379	1.406	1.503	1.757
15 μL	1.368	1.427	1.534	1.771
\bar{X}	1.369	1.423	1.526	1.773
RSD(%)	0.90	0.68	0.72	0.48

色谱峰定位的重复性:取2.2项下混合对照品溶液适量,按2.1项下色谱条件进样测定,分别考察不同型号液相色谱仪(Agilent 1290型、Waters 2695型、Thermo Ultimate 3000型)及色谱柱[Agilent Eclipse XDB C_{18} 柱(250mm \times 4.6mm,5 μm),Waters XBridge C_{18} 柱(150mm \times 4.6mm,5 μm),Thermo Hypersil GOLD柱(250mm \times 4.6mm,5 μm)]对黄芩苷、野黄芩素、柚皮素和芹菜素色谱峰定位的影响。结果上述4种黄酮类化合物相对于野黄芩苷的RRT分别为1.371,1.424,1.528,1.775,RSD分别为1.02%,0.80%,0.79%,0.93%($n = 9$),均小于2.00%,表明各化合物的色谱峰定位具有良好的重复性。结果见表3。

表3 不同高效液相色谱仪和色谱柱下黄芩苷、野黄芩素、柚皮素和芹菜素(以野黄芩苷为内标)的相对保留时间

Tab. 3 Relative retention time of baicalin,scutellarein,naringin, and apigenin (with scutellarin as internal standard) by different HPLC instruments and chromatographic columns

液相色谱仪	色谱柱	黄芩苷	野黄芩素	柚皮素	芹菜素
Agilent 1290型	Eclipse XDB C_{18} 柱	1.384	1.424	1.519	1.812
	XBridge C_{18} 柱	1.375	1.426	1.543	1.773
	Hypersil GOLD C_{18} 柱	1.357	1.417	1.521	1.775
Waters 2695型	Eclipse XDB C_{18} 柱	1.386	1.435	1.515	1.781
	XBridge C_{18} 柱	1.362	1.415	1.527	1.759
	Hypersil GOLD C_{18} 柱	1.368	1.410	1.546	1.762
Thermo Ultimate 3000型	Eclipse XDB C_{18} 柱	1.391	1.431	1.539	1.757
	XBridge C_{18} 柱	1.354	1.444	1.532	1.779
	Hypersil GOLD C_{18} 柱	1.358	1.412	1.514	1.774
\bar{X}		1.371	1.424	1.528	1.775
RSD(%)		1.02	0.80	0.79	0.93

2.5 相对校正因子(RCF)确定

RCF计算方法:分别精密吸取2.2项下混合对照品

溶液 5, 10, 15 μL , 按 2.1 项下色谱条件进样测定 3 次, 以野黄芩苷为内标, 测定黄芩苷、野黄芩素、柚皮素和芹菜素峰面积的 RCF, 取平均值。校正因子计算公式为 $RCF = (C_s \times A_k) / (C_k \times A_s)$ 。式中, C_s 为参照物野黄芩苷的质量浓度, A_s 为参照物的色谱峰峰面积, C_k 和 A_k 分别为黄芩苷、野黄芩素、柚皮素、芹菜素的质量浓度和峰面积。结果黄芩苷、野黄芩素、柚皮素、芹菜素相对于野黄芩苷的 RCF 分别为 0.671, 0.787, 0.826, 0.516, RSD 分别为 2.36%, 1.84%, 1.33%, 2.05% ($n = 9$), 均小于 2.00%, 表明 RCF 相对稳定。结果见表 4。

表 4 黄芩苷、野黄芩素、柚皮素和芹菜素(以野黄芩苷为内标)的相对校正因子

进样量	黄芩苷	野黄芩素	柚皮素	芹菜素
5 μL	0.667	0.784	0.825	0.509
5 μL	0.684	0.797	0.831	0.521
5 μL	0.661	0.812	0.815	0.537
10 μL	0.686	0.793	0.813	0.507
10 μL	0.679	0.785	0.832	0.511
10 μL	0.693	0.796	0.826	0.523
15 μL	0.665	0.776	0.817	0.501
15 μL	0.646	0.781	0.825	0.516
15 μL	0.654	0.761	0.849	0.518
\bar{X}	0.671	0.787	0.826	0.516
RSD(%)	2.36	1.84	1.33	2.05

RCF 的重复性考察: 取 2.2 项下混合对照品溶液, 按 2.1 项下色谱条件进样测定, 分别考察不同型号液相色谱仪 (Agilent 1290 型、Waters 2695 型、Thermo Ultimate 3000 型) 及色谱柱 [Agilent Eclipse XDB C_{18} 柱 (250 mm \times 4.6 mm, 5 μm)、Waters XBridge C_{18} 柱 (150 mm \times 4.6 mm, 5 μm)、Thermo Hypersil GOLD 柱 (250 mm \times 4.6 mm, 5 μm)] 对黄芩苷、野黄芩素、柚皮素和芹菜素 RCF 的影响。结果上述 4 种黄酮类化合物相对于野黄芩苷的 RCF 分别为 0.672, 0.778, 0.823, 0.518, RSD 分别为 2.47%, 2.58%, 1.80%, 2.27% ($n = 9$), 均小于 3.00%, 表明各化合物的 RCF 在不同高效液相色谱仪与不同色谱柱下重复性良好。结果见表 5。

2.6 样品测定与验证

取 9 批样品, 按 2.2 项下方法制备供试品溶液, 按 2.1 项下色谱条件进样测定, 分别采用外标法和 QAMS 法测定样品中黄芩苷、野黄芩素、柚皮素和芹菜素的含量。结果 2 种方法的测量结果的相对偏差均不超过 2.20%, 上述 4 种黄酮类化合物的平均相对偏差分别为 1.48%, 1.08%, 1.17%, 1.19% ($n = 9$), 均小于 2.00%, 表明 QAMS 法测定半枝莲配方颗粒中上述 4 种黄酮类化合物的结果准确可靠, 方法可行。结果见表 6。

表 5 不同高效液相仪和不同色谱柱下黄芩苷、野黄芩素、柚皮素和芹菜素(以野黄芩苷为内标)的相对校正因子

液相色谱仪	色谱柱	黄芩苷	野黄芩	柚皮	芹菜素
Agilent 1290 型	Eclipse XDB C_{18} 柱	0.645	0.783	0.807	0.501
	XBridge C_{18} 柱	0.673	0.761	0.843	0.527
	Hypersil GOLD C_{18} 柱	0.661	0.752	0.816	0.514
Waters 2695 型	Eclipse XDB C_{18} 柱	0.692	0.795	0.802	0.519
	XBridge C_{18} 柱	0.681	0.794	0.819	0.541
	Hypersil GOLD C_{18} 柱	0.674	0.801	0.832	0.509
Thermo Ultimate 3000 型	Eclipse XDB C_{18} 柱	0.698	0.798	0.827	0.511
	XBridge C_{18} 柱	0.667	0.769	0.819	0.513
	Hypersil GOLD C_{18} 柱	0.659	0.752	0.845	0.524
\bar{X}		0.672	0.778	0.823	0.518
RSD(%)		2.47	2.58	1.80	2.27

3 讨论

目前, 国家颁布近 200 种中药配方颗粒的质量标准, 但中药配方颗粒的质量和标准问题仍面临巨大挑战^[12-14]。杨敏娟等^[15]建立了半枝莲药材的超高效液相色谱 (UPLC) 指纹图谱, 并对不同产地的半枝莲药材质量进行了评价。王治阳等^[16]采用高效液相色谱 (HPLC) 法测定不同产地半枝莲药材中 8 种黄酮类成分的含量。YANG 等^[17]通过液相色谱 - 质谱 (LC - MS) 法测定半枝莲药材中芹菜素、黄芩素、黄芩苷、木犀草素、柚皮素和汉黄芩素 6 种黄酮类成分的含量。王秀芹等^[18]进行了半枝莲配方颗粒质量标准的研究, 建立了 HPLC 指纹图谱, 但仅测定了野黄芩苷的含量。

目前, 已分离鉴定出半枝莲的 70 余种黄酮类化合物, 包括黄酮、黄烷酮、黄酮苷、查尔酮 4 类, 其中以黄酮类及其苷类成分居多^[19]。野黄芩苷是半枝莲中含量最高的黄酮类化合物, 其次为黄芩苷、野黄芩素、柚皮素和芹菜素^[20]。因此, 本研究中采用 QAMS 法测定半枝莲配方颗粒中 5 种黄酮类化合物的含量, 以期更全面地控制半枝莲中活性成分的含量。

流动相曾考察甲醇 - 磷酸水溶液、甲醇 - 甲酸水溶液和甲醇 - 乙酸水溶液, 结果甲醇 - 甲酸水溶液 (pH 2.5) 作为流动相时基线比较平稳, 峰形及分离度较好, 故以此溶剂作为流动相。采用二极管阵列检测器 (DAD) 于 250 ~ 400 nm 波长范围内对 5 种指标性成分进行扫描, 结果野黄芩苷、黄芩苷、黄芩素、柚皮素、芹菜素的吸收峰波长分别为 335, 280, 276, 370, 340 nm, 故考察了 5 个检测波长对半枝莲配方颗粒供试品溶液的紫外吸收情况。结果显示, 目标物于 280 nm 波长处响应最好, 故选择 280 nm 作为检测波长。此外, 考察不同流速和不同柱温对色谱峰的影响, 结果在流速

表6 半枝莲配方颗粒中黄芩苷、野黄芩素、柚皮素、芹菜素的一测多评法与外标法含量测定结果比较

Tab. 6 Results of the content determination of baicalin, scutellarein, naringin and apigenin in Banzhilian Formula Granules by the QAMS method and the external standard method

样品 编号	野黄 芩苷	黄芩苷			野黄芩素			柚皮素			芹菜素		
		外标法 (mg/g)	一测多评法 (mg/g)	相对偏差 (%)	外标法 (mg/g)	一测多评法 (mg/g)	相对偏差 (%)	外标法 (mg/g)	一测多评法 (mg/g)	相对偏差 (%)	外标法 (mg/g)	一测多评法 (mg/g)	相对偏差 (%)
S1	6.102	0.121	0.119	-1.65	0.189	0.188	-0.53	0.116	0.114	-1.72	0.131	0.129	-1.53
S2	5.437	0.099	0.098	-1.01	0.171	0.169	-1.17	0.103	0.101	-1.94	0.116	0.115	-0.86
S3	4.684	0.091	0.093	2.20	0.139	0.137	-1.44	0.089	0.09	1.12	0.101	0.099	-1.98
S4	3.796	0.078	0.077	-1.28	0.123	0.121	-1.63	0.073	0.072	-1.37	0.083	0.084	1.20
S5	5.127	0.121	0.119	-1.65	0.149	0.151	1.34	0.097	0.096	-1.03	0.112	0.11	-1.79
S6	4.874	0.096	0.097	1.04	0.136	0.137	0.74	0.092	0.091	-1.09	0.105	0.106	0.95
S7	6.013	0.109	0.107	-1.83	0.179	0.176	-1.68	0.113	0.111	-1.77	0.129	0.127	-1.55
S8	5.245	0.102	0.101	-0.98	0.183	0.181	-1.09	0.098	0.097	-1.02	0.113	0.111	-1.77
S9	4.876	0.097	0.098	1.03	0.152	0.15	-1.32	0.091	0.092	1.10	0.105	0.104	-0.95
\bar{X}	5.128	0.102	0.101	-0.46	0.158	0.157	-0.75	0.097	0.096	-0.86	0.111	0.109	-0.92
相对偏差	0.702	0.014	0.013	1.48	0.023	0.023	1.08	0.013	0.012	1.17	0.015	0.014	1.19

0.8 mL/min、柱温 30 °C 条件下出峰个数较多, 色谱峰的分离度和峰形均较好, 峰面积较大。故选择 0.8 mL/min 和 30 °C 作为流速和柱温。

综上所述, 本研究中建立的方法结果准确、耐用性较好, 较外标法成本低、操作简便, 适用于半枝莲配方颗粒中黄芩苷、野黄芩素、柚皮素和芹菜素的含量测定。

参考文献

[1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典(一部)[M]. 北京: 中国医药科技出版社, 2020: 125.
[2] 国家中医药管理局. 中华本草[M]. 上海: 上海科学技术出版社, 2015: 210-213.
[3] 张云丽, 霍立娜, 滕舒慧, 等. 半枝莲中黄酮类成分提取和含量测定方法研究[J]. 中华中医药学刊, 2021, 39(11): 25-28.
[4] CHEN Q, RAHMAN K, WANG SJ, et al. Scutellaria barbata: a review on chemical constituents, pharmacological activities and clinical applications[J]. Curr Pharm Des, 2020, 26(1): 160-175.
[5] LIL, XU X, WU L, et al. Scutellaria barbata polysaccharides inhibit tumor growth and affect the serum proteomic profiling of hepatoma H₂₂-bearing mice[J]. Mol Med Rep, 2019, 19(3): 2254-2262.
[6] 于森, 李铁成. p53 信号通路在半枝莲总黄酮预处理大鼠心肌缺血再灌注损伤中的作用[J]. 中华老年多器官疾病杂志, 2021, 20(7): 538-543.
[7] 刘新杨, 李红, 商亚珍. 半枝莲黄酮对复合 A β 所致阿尔茨海默病大鼠神经炎症的抑制作用及其机制[J]. 中国医院药学杂志, 2022, 42(12): 1197-1203.
[8] 朱晓芹, 郑雅, 刘志强, 等. 半枝莲主要黄酮类成分抗癌协同机制的网络药理学分析[J]. 中药新药与临床药理, 2020, 31(9): 1037-1044.
[9] 国家药典委员会. 有关中药配方颗粒药品标准制定的

通知[EB/OL]. (2021-02-24)[2023-01-20]. <https://www.chp.org.cn/#/newsDetail?id=15815>.

[10] 夏云岭, 张振凌, 张洪坤, 等. HPLC 法同时测定半枝莲饮片中 4 种黄酮类成分的含量及主成分分析[J]. 中国药房, 2019, 30(20): 2839-2844.
[11] OUYANG YT, TAN ZB, CHEN LM, et al. Simultaneous determination of three phenolic acids in artemisia japonica by QAMS[J]. Pharm Today, 2021, 31(1): 23-26.
[12] 张纯, 范晓良, 陈叶青, 等. 基于 Q-marker 等多维度评价延胡索配方颗粒的质量[J]. 中成药, 2022, 44(8): 2464-2469.
[13] 张伟, 孙叶芬, 金传山, 等. 中药配方颗粒研究现状与展望[J]. 中草药, 2022, 53(22): 7221-7233.
[14] 路露, 施钧瀚, 侯富国, 等. 中药配方颗粒: 历史、现状及“后试点时代”的发展展望[J]. 中国中药杂志, 2022, 47(8): 2008-2014.
[15] 杨敏娟, 罗宇琴, 官永河, 等. 基于超高效液相色谱指纹图谱和主成分分析法评价不同主产地半枝莲的质量[J]. 世界科学技术-中医药现代化, 2019, 21(10): 2247-2252.
[16] 王治阳, 安华. HPLC 同时测定不同产地半枝莲中 8 个黄酮类成分的含量[J]. 中国现代中药, 2017, 19(7): 978-982.
[17] YANG YC, WANG CS, WEI MC. Separation and quantification of bioactive flavonoids from *Scutellaria abarbata* using a green procedure[J]. Food Bioprod Process, 2019, 118: 77-90.
[18] 王秀芹, 林彤. 半枝莲配方颗粒质量标准的研究[J]. 中成药, 2017, 39(7): 1524-1527.
[19] 李娜, 王平, 孙铁锋, 等. 半枝莲化学成分、药理作用及质量控制研究进展[J]. 中国中药杂志, 2020, 45(21): 5117-5128.
[20] 金顺琪, 张露蓉, 李曼, 等. 半枝莲 HPLC 指纹图谱建立及 9 种黄酮类成分含量测定[J]. 辽宁中医药大学学报, 2022, 24(3): 27-32.

(收稿日期: 2023-05-26; 修回日期: 2023-11-03)