

中图分类号: R917; R927 文献标志码: A 文章编号: 1006-4931(2024)20-0068-05
doi:10.3969/j.issn.1006-4931.2024.20.014



五淋丸高效液相色谱指纹图谱研究及7种成分含量测定*

李 丹, 涂明珠, 邬秋萍, 刘艳梅, 刘 敏, 赵 雯[△]

(江西省药品检验检测研究院·国家药品监督管理局中成药质量评价重点实验室·江西省药品与医疗器械质量工程技术研究中心, 江西 南昌 330029)

摘要:目的 为五淋丸的质量控制提供依据。方法 采用高效液相色谱(HPLC)法建立6批五淋丸样品的指纹图谱, 色谱柱为 Anpel Athena C₁₈ 柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm), 流动相为乙腈-0.1% 磷酸水溶液(梯度洗脱), 流速为 1.0 mL/min, 检测波长为 240 nm(指纹图谱建立及栀子苷、芍药苷、甘草酸铵含量测定)及 327 nm(绿原酸、盐酸巴马汀、盐酸小檗碱、蒙内酯含量测定), 柱温为 25 °C, 进样量为 10 μL。采用中药色谱指纹图谱相似度评价系统(2012版)进行相似度评价, 确定共有峰及归属, 指认成分并测定其含量。结果 6批样品指纹图谱与对照指纹图谱的相似度均在 0.992~1.000 之间。标定共有峰 12 个, 均确定归属药材, 并指认出其中 7 个共有峰成分。栀子苷、芍药苷、甘草酸铵、绿原酸、盐酸巴马汀、盐酸小檗碱、蒙内酯质量浓度分别在 2.77~27.74 μg/mL、16.10~161.04 μg/mL、8.54~85.42 μg/mL、0.71~7.05 μg/mL、2.75~27.54 μg/mL、3.14~31.35 μg/mL、5.43~54.27 μg/mL 范围内与峰面积线性关系良好($R^2 \geq 0.9995$, $n=6$); 精密度、稳定性、重复性试验结果的 RSD 均小于 2.0%; 平均加样回收率分别为 93.48%, 103.15%, 104.68%, 93.53%, 95.76%, 104.85%, 97.25%, RSD 分别为 2.50%, 1.90%, 1.67%, 2.05%, 1.99%, 1.48%, 2.33% ($n=6$)。结论 本研究中所建方法可用于五淋丸 HPLC 指纹图谱的建立及其中 7 个成分的含量测定, 可更全面地为五淋丸的质量控制提供依据。

关键词: 五淋丸; 高效液相色谱法; 指纹图谱; 含量测定; 质量评价

HPLC Fingerprint of Wulin Pills and Determination of Seven Components

LI Dan, TU Mingzhu, WU Qiuping, LIU Yanmei, LIU Min, ZHAO Wen

(Jiangxi Institute for Drug Control · NMPA Key Laboratory for Quality Evaluation of Traditional Chinese Patent Medicine · Jiangxi Provincial Engineering Research Center of Drug and Medical Device Quality, Nanchang, Jiangxi, China 330029)

Abstract: Objective To provide a basis for the quality control of Wulin Pills. **Methods** High-performance liquid chromatography (HPLC) method was used to establish the fingerprint of six batches of Wulin Pills. The chromatographic column was the Anpel Athena C₁₈ column (250 mm × 4.6 mm, 5 μm), the mobile phase was acetonitrile-0.1% phosphoric acid aqueous solution (gradient elution), the flow rate was 1.0 mL/min, the detection wavelengths were 240 nm (fingerprint establishment and determination of geniposide, paeoniflorin, ammonium glycyrrhizinate) and 327 nm (determination of chlorogenic acid, palmatine hydrochloride, berberine hydrochloride, ligustilide), the column temperature was 25 °C, and the injection volume was 10 μL. The similarity evaluation system for chromatographic fingerprint of traditional Chinese medicine (version 2012) was used for similarity evaluation, the common peaks were marked and attributed, the components were identified and determined. **Results** The similarity between the fingerprint of the six batches of samples and the reference fingerprint was in the range of 0.992-1.000. Twelve common peaks were marked and attributed to medicinal herbs, and seven components were identified. The linear ranges of geniposide, paeoniflorin, ammonium glycyrrhizinate, chlorogenic acid, palmatine hydrochloride, berberine hydrochloride and ligustilide were 2.77-27.74 μg/mL, 16.10-161.04 μg/mL, 8.54-85.42 μg/mL, 0.71-7.05 μg/mL, 2.75-27.54 μg/mL, 3.14-31.35 μg/mL, 5.43-54.27 μg/mL ($R^2 \geq 0.9995$, $n=6$) respectively. The RSDs of precision, stability and repeatability tests were all lower than 2.0%. The average recovery rates of the above seven components were 93.48%, 103.15%, 104.68%, 93.53%, 95.76%, 104.85%, 97.25%, with RSDs of 2.50%, 1.90%, 1.67%, 2.05%, 1.99%, 1.48%, 2.33% ($n=6$) respectively. **Conclusion** The established method in this study can be used to establish the HPLC fingerprint of Wulin Pills and determine the contents of seven components, which provides a basis for more comprehensive quality control of Wulin Pills.

Key words: Wulin Pills; HPLC; fingerprint; content determination; quality evaluation

五淋丸由海金沙、甘草、琥珀、茯苓皮、地黄、白芍、姜制栀子、当归、川芎、木通、黄连、去毛石韦等12味药材组方。其中,海金沙与石韦均能清热利水、利尿通淋,

共为君药;木通、琥珀、茯苓皮清心利湿、通淋,栀子、黄连清热利湿、泻火,共为臣药;当归、川芎行气活血,白芍止痛敛阴,地黄清热凉血,养阴生津,共为佐药;甘草

*基金项目:江西省药品监督管理局科研项目[2021KY10]。

第一作者:李丹,女,硕士,主管药师,研究方向为中成药质量控制与评价,(电子信箱)ld_cpu2011@163.com。

[△]通信作者:赵雯,女,大学本科,副主任药师,研究方向为中成药质量控制与评价,(电子信箱)zhaowen0791@sina.com。

和中,为使药。诸药合用,共奏清热利湿、分清止淋之功^[1]。现代药理学研究表明,五淋丸有抗菌、保护心肌缺血,利尿抗炎消肿功效^[2-4]。但其现行标准^[5]检验项目中仅有性状、显微鉴别及以盐酸小檗碱为对照的薄层鉴别,质量控制类的研究^[6]较少,不能全面地控制产品质量。鉴于该方成分复杂,单一组分不能有效反映制剂质量。本研究中建立了五淋丸高效液相色谱(HPLC)指纹图谱,对不同批样品进行了对比研究,标定了共有峰,同时对指认出的主要成分进行了含量测定。现报道如下。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

Agilent 1260 Infinity II型液相色谱仪(美国Agilent公司);KQ-500E型超声仪(昆山市超声仪器有限公司);BT25S型电子天平(德国Sartorius公司,精度为0.01 mg),ML204T型电子天平(瑞士Mettler Toledo公司,精度为0.1 mg)。

1.2 试剂

对照品 栀子苷(批号为110749-201718,含量97.6%),绿原酸(批号为111753-202119,含量96.3%),盐酸小檗碱(批号为110713-202015,含量85.9%),盐酸巴马汀(批号为110732-201309,含量86.6%),藁本内酯(批号为110737-201910,含量100%),甘草酸铵(批号为110731-202122,含量94.4%),芍药苷(批号为110736-202044,含量96.8%),均购自中国食品药品检定研究院;乙腈、甲醇均为色谱级,其余试剂均为分析纯,水为超纯水。6批五淋丸样品(批号分别为201001,201002,201003,220301,220302,220303)及处方中相应原药材各1批均由江西芙蓉堂药业有限公司提供,经江西药品检验检测研究院赵雯副教授鉴定为正品。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱:Anpel Athena C₁₈柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm);流动相:乙腈(A)-0.1%磷酸水溶液(B),梯度洗脱(0~5 min时10%A→15%A,5~19 min时15%A→25%A,19~40 min时25%A→32%A,40~50 min时32%A→42%A,50~65 min时42%A→60%A,65~70 min时60%B→65%B,70~80 min时65%A→95%A);流速:1.0 mL/min;检测波长:240 nm(用于建立指纹图谱及测定栀子苷、芍药苷、甘草酸铵的含量),327 nm(用于测定绿原酸、盐酸巴马汀、盐酸小檗碱、藁本内酯的含量);柱温:25℃;进样量10 μL。

2.2 溶液制备

盐酸小檗碱对照品溶液:称取盐酸小檗碱对照品

适量,精密称定,加甲醇溶解,制成质量浓度为20 μg/mL的对照品溶液。

混合对照品溶液:分别取绿原酸、栀子苷、芍药苷、盐酸巴马汀、盐酸小檗碱、甘草酸铵、藁本内酯对照品11.13 mg、11.62 mg、10.32 mg、10.18 mg、10.02 mg、10.41 mg、16.96 mg,精密称定,分别置25 mL容量瓶中,加甲醇使溶解,摇匀,作为单一对照品贮备液,精密量取适量,加甲醇制成质量浓度分别为55.48,322.08,170.83,14.11,55.09,62.89,108.54 μg/mL的混合对照品溶液。

供试品溶液:取样品适量,研匀,取约1 g,精密称定,精密加入甲醇50 mL,称定质量,超声(功率500 W、频率40 kHz,下同)处理1 h,再次称定质量,加甲醇补足减失的质量,滤过,取续滤液,即得。

阴性对照品溶液:取处方量的缺各单味药材的其他药材,按照五淋丸处方及工艺分别制备缺各单味药材的阴性样品,按供试品溶液制备方法分别制备单一阴性对照品溶液。

单味药材溶液:取处方中各单味药材,按供试品溶液制备方法制成单味药材溶液。

2.3 指纹图谱建立

2.3.1 方法学考察

精密度试验:精密吸取2.2项下混合对照品溶液3 mL,置25 mL容量瓶中,加甲醇定容,混匀,再按2.1项下色谱条件连续进样测定6次,记录色谱图,以盐酸小檗碱峰(峰8)为参照峰,计算7个共有峰的相对峰面积和相对保留时间,结果的RSD分别小于0.95%和0.23%(n=6),表明仪器精密度良好。

稳定性试验:取2.2项下的供试品溶液(批号为201001),分别于室温放置0,4,8,12,24,48 h时按2.1项下色谱条件进样测定,记录色谱,以盐酸小檗碱峰(峰8)为参照,计算12个共有峰的相对峰面积和相对保留时间。结果的RSD分别小于2.46%和0.12%(n=6),表明供试品溶液室温放置48 h内基本稳定。

重复性试验:取样品(批号为201001),按2.2项下方法制备供试品溶液,平行制备6份,再按2.1项下色谱条件进样测定,记录色谱图,以盐酸小檗碱峰(峰8)为参照,计算12个共有峰的相对峰面积和相对保留时间。结果的RSD分别小于2.52%和0.15%(n=6),表明方法重复性良好。

耐用性试验:取2.2项下供试品溶液(批号为201001),按2.1项下色谱条件进样测定,考察不同品牌的色谱柱(Thermo Acclaim 120 C₁₈柱和Techmate ST C₁₈柱,规格均为250 mm × 4.6 mm,5 μm),不同流速(0.8,1.2 mL/min),不同柱温(20,30℃)条件下12个共有峰

的分离效果。结果相似度均大于0.95。表明本方法的适用性符合要求。

2.3.2 指纹图谱的建立及相似度评价

取6批样品,按2.2项下方法制备供试品溶液,再按2.1项下色谱条件进样测定,记录色谱,导入中药色谱指纹图谱相似度评价系统(2012版),设置时间窗为0.1 min,以平均数为指标,选用多点校正法对色谱峰进行Mark峰匹配,得6批样品的高效液相色谱叠加指纹图谱(图1)及对照指纹图谱(图2)。以S1为参照进行叠加,并计算相似度。结果6批样品指纹图谱相似度在0.992~1.000之间(见表1)。表明五淋丸样品批间的差异小,工艺稳定性较好。

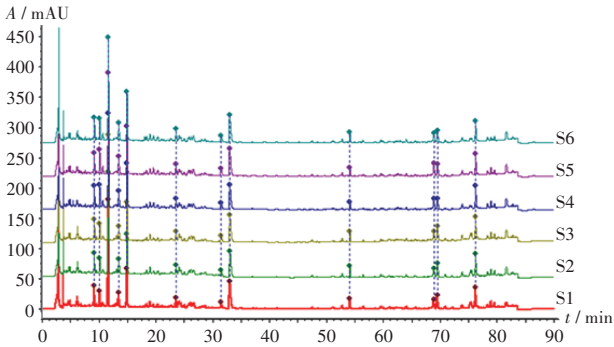


图1 6批五淋丸的高效液相色谱叠加指纹图谱

Fig.1 HPLC superimposed fingerprint of six batches of Wulin Pills

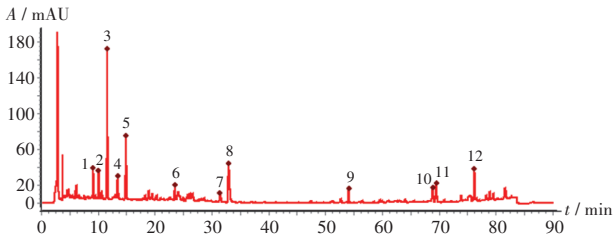


图2 样品高效液相色谱对照指纹图谱

2. Chlorogenic acid 3. Geniposide 5. Paeoniflorin 7. Palmatine hydrochloride 8. Berberine hydrochloride 9. Ammonium glycyrrhizinate 10. Ligustilide

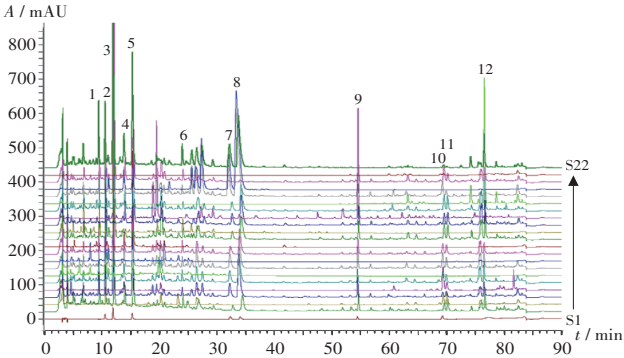
Fig.2 HPLC reference fingerprint of samples

表1 6批样品相似度评价结果

相似度	S1	S2	S3	S4	S5	S6	R
S1	1	0.999	1	0.992	0.992	0.995	0.998
S2	0.999	1	1	0.994	0.993	0.996	0.999
S3	1	1	1	0.993	0.993	0.995	0.998
S4	0.992	0.994	0.993	1	0.999	0.999	0.998
S5	0.992	0.993	0.993	0.999	1	0.998	0.998
S6	0.995	0.996	0.995	0.999	0.998	1	0.999
R	0.998	0.999	0.998	0.998	0.998	0.999	1

2.3.3 共有峰归属及指认

分别取2.2项下混合对照品溶液、供试品溶液、单一阴性对照品溶液及各单味药材溶液适量,按2.1项下色谱条件进样,记录色谱。对比后共得12个共有峰,确定其归属并指出其中7个峰,其中峰1归属栀子;峰2(绿原酸)归属川芎、石韦、木通;峰3(栀子苷)归属栀子;峰4归属白芍;峰5(芍药苷)归属白芍;峰6归属川芎、黄连、栀子;峰7(盐酸巴马汀)归属黄连;峰8(盐酸小檗碱)归属黄连;峰9(甘草酸铵)归属甘草;峰10(藜芦内酯)归属当归、川芎、琥珀;峰11归属当归、川芎;峰12归属茯苓皮。色谱见图3。



2. 绿原酸 3. 栀子苷 5. 芍药苷 7. 盐酸巴马汀 8. 盐酸小檗碱 9. 甘草酸铵 10. 藜芦内酯

S1. 混合对照品溶液 S2. 供试品溶液 S3. 川芎药材溶液 S4. 缺川芎阴性对照品溶液 S5. 当归药材溶液 S6. 缺当归阴性对照品溶液 S7. 木通药材溶液 S8. 缺木通阴性对照品溶液 S9. 石韦药材溶液 S10. 缺石韦阴性对照品溶液 S11. 白芍药材溶液 S12. 缺白芍阴性对照品溶液 S13. 栀子药材溶液 S14. 缺栀子阴性对照品溶液 S15. 甘草药材溶液 S16. 缺甘草阴性对照品溶液 S17. 茯苓皮药材溶液 S18. 缺茯苓皮阴性对照品溶液 S19. 黄连药材溶液 S20. 缺黄连阴性对照品溶液 S21. 琥珀药材溶液 S22. 缺琥珀阴性对照品溶液

图3 供试品和单味药材高效液相色谱叠加图谱

2. Chlorogenic acid 3. Geniposide 5. Paeoniflorin 7. Palmatine hydrochloride 8. Berberine hydrochloride 9. Ammonium glycyrrhizinate 10. Ligustilide

S1. Mixed reference solution S2. Test solution S3. Chuanxiong Rhizoma solution S4. Negative reference solution lacking Chuanxiong Rhizoma S5. Angelicae Sinensis Radix solution S6. Negative reference solution lacking Angelicae Sinensis Radix S7. Akebiae Caulis solution S8. Negative reference solution lacking Akebiae Caulis S9. Pyrrosiae Folium solution S10. Negative reference solution lacking Pyrrosiae Folium S11. Paeoniae Radix Alba solution S12. Negative reference solution lacking Paeoniae Radix Alba S13. Gardeniae Fructus solution S14. Negative reference solution lacking Gardeniae Fructus S15. Glycyrrhizae Radix et Rhizoma solution S16. Negative reference solution lacking Glycyrrhizae Radix et Rhizoma S17. Poriae Cutis solution S18. Negative reference solution lacking Poriae Cutis S19. Coptidis Rhizoma solution S20. Negative reference solution lacking Coptidis Rhizoma S21. Ambrum solution S22. Negative reference solution lacking Ambrum

Fig.3 HPLC superimposed fingerprint of the test sample and individual medicinal herb

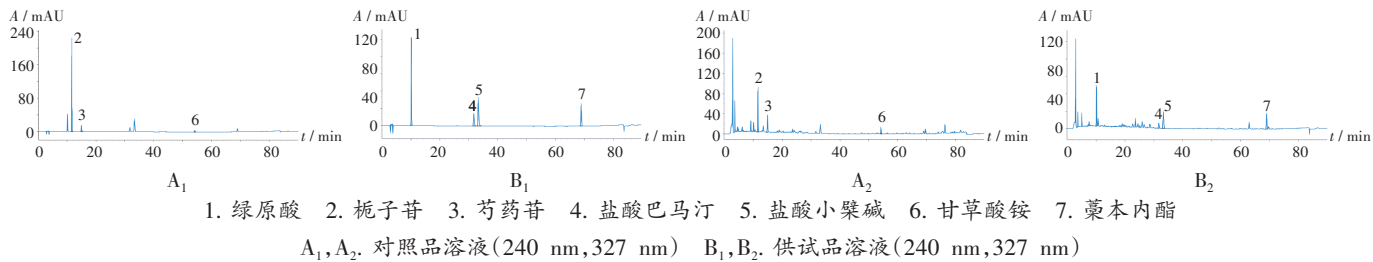


图 4 高效液相色谱图

1. Chlorogenic acid 2. Geniposide 3. Paeoniflorin 4. Palmatine hydrochloride 5. Berberine hydrochloride 6. Ammonium glycyrrhizinate 7. Ligustilide
 A_1, A_2 . Reference solution (240 nm, 327 nm) B_1, B_2 . Test solution (240 nm, 327 nm)

Fig. 4 HPLC chromatograms

2.4 含量测定

2.4.1 方法学考察

系统适用性试验:取 2.2 项下混合对照品溶液、供试品溶液各适量,按 2.1 项下色谱条件进样测定,记录色谱图。结果供试品溶液色谱中,在与混合对照品溶液色谱相同保留时间处有对应色谱峰。详见图 4。

线性关系考察:吸取 2.2 项下混合对照品溶液 1, 1.25, 5, 7.5, 10 mL, 分别置 20 mL 容量瓶中,用甲醇定容,制备系列对照品溶液。按 2.1 项下色谱条件进样,以待测成分质量浓度($\mu\text{g}/\text{mL}$, X)为横坐标、峰面积(Y)为纵坐标进行线性回归。结果见表 2。

精密度试验:取 2.2 项下混合对照品溶液,加甲醇稀释,得绿原酸、栀子苷、芍药苷、盐酸巴马汀、盐酸小檗碱、甘草酸铵、藁本内酯质量浓度分别为 12.861 8, 80.520 0, 42.708 2, 3.526 3, 13.771 5, 15.723 3, 27.136 0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的系列混合对照品溶液,按 2.1 项下色谱条件连续进样 6 次,计算峰面积。结果上述 7 种成分峰面积的 RSD 分别为 0.58%, 1.56%, 1.76%, 0.88%, 1.15%, 0.72%, 0.72% ($n=6$),表明仪器精密度良好。

稳定性试验:取同一批样品(批号为 201001),按 2.2 项下方法制备供试品溶液,室温放置 0, 2, 4, 8, 12, 24, 48 h 时按 2.1 项下色谱条件进样,记录峰面积。结果绿原酸、栀子苷、芍药苷、盐酸巴马汀、盐酸小檗碱、甘草酸铵、藁本内酯峰面积的 RSD 分别为 1.61%, 0.44%,

0.54%, 1.70%, 0.53%, 0.24%, 0.61% ($n=7$),表明供试品溶液室温放置 48 h 内基本稳定。

重复性试验:取同一批样品(批号为 201001)1 g,精密称定,平行 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,记录色谱计算含量。结果绿原酸、栀子苷、芍药苷、盐酸巴马汀、盐酸小檗碱、甘草酸铵、藁本内酯平均含量依次为 0.32, 2.39, 1.74, 0.13, 0.50, 0.93, 0.38 mg/g , RSD 分别为 1.81%, 1.23%, 1.30%, 1.52%, 1.05%, 2.11%, 0.73% ($n=6$)。表明方法重复性良好。

加样回收试验:取同一批样品(批号为 201001)0.5 g,精密称定,平行 6 份,分别加入各对照品适量,按 2.2 项下方法制备供试品溶液,再按 2.1 项下色谱条件进样测定记录色谱并计算加样回收率。结果见表 2。

2.4.2 样品含量测定

取 6 批样品各适量,按 2.2 项下方法制备供试品溶液,再按 2.1 项下色谱条件进样测定,平行 3 次,记录色谱并计算含量。结果见表 3。

3 讨论

3.1 含量测定指标选择

2020 年版《中国药典(一部)》显示,栀子苷、芍药苷、甘草酸铵、盐酸小檗碱和盐酸巴马汀、绿原酸、阿魏酸分别为栀子、白芍、甘草、黄连、石韦和木通、川芎和当归药材的指标性成分,但当归、川芎中阿魏酸含量均

表 2 线性关系考察及加样回收试验结果 ($n=6$)

Tab. 2 Results of the linear relation test and the recovery test ($n=6$)

待测成分	回归方程	R^2	线性范围($\mu\text{g}/\text{mL}$)	$\bar{X}(\%)$	$RSD(\%)$
绿原酸	$Y_1 = 28.7190 X_1 + 0.9390$	0.9999	2.77 ~ 27.74	93.48	2.50
栀子苷	$Y_2 = 14.433 X_2 + 2.7439$	0.9995	16.10 ~ 161.04	103.15	1.90
芍药苷	$Y_3 = 9.7379 X_3 + 1.3171$	0.9999	8.54 ~ 85.42	104.68	1.67
盐酸巴马汀	$Y_4 = 34.109 X_4 + 0.0902$	0.9996	0.71 ~ 7.05	93.53	2.05
盐酸小檗碱	$Y_5 = 22.3100 X_5 - 0.63170$	1.0000	2.75 ~ 27.54	95.76	1.99
甘草酸铵	$Y_6 = 4.7512 X_6 + 0.4073$	1.0000	3.14 ~ 31.35	104.85	1.48
藁本内酯	$Y_7 = 27.633 X_7 + 1.0073$	0.9998	5.43 ~ 54.27	97.25	2.33

表3 样品含量测定结果(mg/g, n=3)

Tab. 3 Results of content determination of seven components in samples (mg/g, n=3)

批号	绿原酸	栀子苷	芍药苷	盐酸巴马汀	盐酸小檗碱	甘草酸铵	藁本内酯
201001	0.32	2.39	1.74	0.13	0.50	0.93	0.38
201002	0.32	2.49	1.89	0.14	0.57	1.10	0.38
201003	0.34	2.38	1.79	0.14	0.58	0.95	0.40
220301	0.50	2.59	2.10	0.13	0.62	1.22	0.49
220302	0.53	2.45	2.24	0.15	0.65	1.22	0.58
220303	0.45	2.46	2.21	0.14	0.63	1.24	0.47

较低,而其中藁本内酯含量较高,且属特征性成分。文献显示,栀子苷^[7-8]、芍药苷^[9]、盐酸小檗碱^[10-11]、盐酸巴马汀^[11]、绿原酸^[12]、藁本内酯^[13]、甘草酸铵^[14]均有一定的消炎、利胆、通淋的功效,同时为考察不同批样品中共有成分的含量差异情况,故本研究选择了以上药材中的特征成分(栀子苷、芍药苷等)或共有成分(绿原酸、藁本内酯)作为含量测定的指标。

3.2 色谱条件优化

预试验中,对7个待测成分进行全波长(200~400 nm)扫描,发现栀子苷、芍药苷、甘草酸铵的最大吸收波长在230~240 nm之间,而其他4个组分均在235~245 nm和320~350 nm之间。若采用分段采集方式则会在10 min内来回切换波长,可能导致基线不稳。最终确定在240 nm波长下测定栀子苷、芍药苷、甘草酸铵的含量,而在327 nm波长下测定绿原酸、盐酸巴马汀、盐酸小檗碱、藁本内酯的含量。同时,以240 nm为指纹图谱测定波长时色谱峰信号最多,更能表征药品的质量。

由于7个成分极性差异大,预试验中考察了甲醇-酸溶液及乙腈-酸溶液液动相系统对各成分的分离效果,结果甘草酸铵、绿原酸、芍药苷、藁本内酯分离效果更好。此外,考虑到盐酸小檗碱、盐酸巴马汀极性较大,易拖尾。同时,还比较了0.1%磷酸和0.2%磷酸对其峰形的改善情况,结果无明显差异,最终采用乙腈-0.1%磷酸作为流动相。

3.3 提取方式考察

预试验中比较了不同提取方式(超声、回流),不同的提取溶剂(50%甲醇、70%甲醇、50%乙醇、70%乙醇、甲醇),不同提取时间(30,60,90 min)的提取效果,结果超声与回流均能将各成分提取完全,而超声操作更便捷;各成分含量与醇体积分数呈正相关,且甲醇提取效果优于乙醇;超声时间超过60 min时各成分含量趋于稳定。最终选择提取方法为甲醇超声处理60 min。

3.4 指纹图谱评价

本研究共标定了12个共有峰,归属到栀子、白芍、茯苓皮等10味药材,该10味药材约占处方量的70%,

大幅提高了标准要求,可更好地控制药品内在质量。考虑到所建分析方法需时较长(80 min),以盐酸小檗碱为参照物(因其位于色谱图的中段位置,可同时兼顾前、后两个时间段)。

3.5 方法评价

本研究中建立了五淋丸的HPLC指纹图谱,标定了12个共有峰,可归属10味药材;同时建立了测定指认出的7个主要成分含量的HPLC法,方法精密性、稳定性、重复性良好,准确度、专属性等均满足分析方法的学验证要求。该方法是对制剂现行质量控制技术的补充,可为五淋丸药品的质量控制和评价及科学监管提供技术支撑。

参考文献

[1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典临床用药须知·中药成方制剂卷[M]. 北京:中国医药科技出版社,2010:191.

[2] 方伟,鲍玲红,杨芳炬. 五淋丸对大鼠异丙肾上腺素性缺血心肌的保护作用及其机制探讨[J]. 四川生理科学杂志, 2008,30(1):13-15.

[3] 方伟,刘之光,鲍玲红,等. 五淋丸体内抗菌作用研究[J]. 中药药理与临床,2007,23(4):13-14.

[4] 柯雪红,方永奇,王丽新. 五淋丸利尿、抗炎消肿作用的研究[J]. 中国实验方剂学杂志,2001,7(1):61-62.

[5] WS₃-B-0696-91,卫生部药品标准·中药成方制剂(第四册)[S].

[6] 魏素,谢雄瑞. 五淋丸中栀子苷含量的研究[J]. 中国医药指南,2011,9(6):196-197.

[7] 吴先晃,邓绍勇,王小青,等. 栀子果实性状、化学成分与其消炎利胆作用的关系研究[J]. 中草药,2021,52(23):7229-7235.

[8] 马威武,刘强,李帅彪,等. 栀子苷对部分膀胱出口梗阻模型大鼠膀胱功能障碍的改善作用及机制探讨[J]. 陕西医学杂志,2023,52(11):1478-1482.

[9] 章方玲,谢进,吴和霏,等. 基于紧密连接通路探讨芍药苷改善胆汁淤积的作用机制[J]. 中草药,2023,54(21):7055-7065.

[10] 谭公祥,陈亚梅,余明主,等. 盐酸小檗碱对大鼠良性前列腺增生抑制作用及对Nrf2/ARE通路的影响[J]. 中华男科学杂志,2022,28(1):9-13.

[11] 罗煜,吴嘉思,朱正文,等. 盐酸巴马汀抑制NF-κB/p38 MAPK信号通路及NLRP3炎症小体抗炎机制研究[J]. 中药新药与临床药理,2020,31(7):762-768.

[12] 刘凯昕,程传景,田璐,等. 基于抗炎作用的质量标志物的金银花口服液质量评价研究[J]. 世界科学技术-中医药现代化,2023,25(11):3469-3477.

[13] 殷立奇. 基于藁本内酯和肿瘤干细胞的膀胱癌靶向治疗研究[D]. 北京:北京化工大学,2023.

[14] 赵利平,梁卫章,张俊民,等. 甘草酸铵对过敏性紫癜性肾炎小鼠肾功能及IL-23/STAT3通路的影响[J]. 疑难病杂志,2022,21(1):74-79.

(收稿日期:2023-08-10;修回日期:2024-06-22)