

HPLC 法测定山野豌豆与狭山野豌豆中 4 个黄酮成分*

郭方岩¹, 王宇¹, 郝延军², 吕小艳¹, 桑育黎^{1**}

(1. 辽宁大学药学院, 沈阳 110036; 2. 辽宁华润本溪三药有限公司, 本溪 117004)

摘要 目的: 建立 HPLC 法测定山野豌豆与狭山野豌豆中山柰酚-3-O- α -L-鼠李糖苷、槲皮素、苜蓿素、山柰酚的含量, 为山野豌豆与狭山野豌豆的质量控制提供依据。**方法:** 采用 Diamonsil C₁₈ 色谱柱 (200 mm×4.6 mm, 5 μ m), 以乙腈-0.1% 磷酸水溶液梯度洗脱, 流速 1.0 mL·min⁻¹, 检测波长 350 nm, 柱温 25 $^{\circ}$ C, 进样量 10 μ L。**结果:** 山柰酚-3-O- α -L-鼠李糖苷、槲皮素、苜蓿素、山柰酚的检测限分别为 0.20、0.21、0.21、0.20 μ g·mL⁻¹, 线性范围分别为 6.85~1 369.60 μ g·mL⁻¹ ($r=0.9999$)、6.34~1 267.20 μ g·mL⁻¹ ($r=0.9998$)、3.33~665.60 μ g·mL⁻¹ ($r=0.9999$)、3.45~689.60 μ g·mL⁻¹ ($r=0.9999$), 平均回收率 ($n=6$) 为 98.1%~100.1% 之间。山野豌豆样品中山柰酚-3-O- α -L-鼠李糖苷、槲皮素、苜蓿素、山柰酚含量范围分别为 0.013~0.232、0.007~0.165、0.006~0.122、0.008~0.153 mg·g⁻¹; 狭山野豌豆样品中山柰酚-3-O- α -L-鼠李糖苷、槲皮素、苜蓿素、山柰酚含量范围分别为 0.010~0.231、0.022~0.196、0.012~0.200、0.010~0.208 mg·g⁻¹。**结论:** 为检测山野豌豆与狭山野豌豆中山柰酚-3-O- α -L-鼠李糖苷、槲皮素、苜蓿素、山柰酚含量提供了可信方法。

关键词: 山野豌豆; 狭山野豌豆; 山柰酚; 槲皮素; 苜蓿素; 山柰酚-3-O- α -L-鼠李糖苷; 黄酮类化合物; 高效液相色谱

中图分类号: R 917 文献标识码: A 文章编号: 0254-1793(2017)03-0432-06

doi: 10.16155/j.0254-1793.2017.03.10

Determination of four flavonoids in *Vicia amoena* Fisch. and *Vicia amoena* Fisch. var. *angusta* Freyn. by HPLC*

GUO Fang-yan¹, WANG Yu¹, HAO Yan-jun², LÜ Xiao-yan¹, SANG Yu-li^{1**}

(1. School of Pharmacy, Liaoning University, Shenyang 110036, China;

2. China Resources Liaoning Benxi Third Pharmaceutical Co., Ltd., Benxi 117004, China)

Abstract Objective: To establish an HPLC method for determination of kaempferol-3-O- α -L-rhamnoside, quercetin, tricetin and kaempferol in *Vicia amoena* Fisch. and *Vicia amoena* Fisch. var. *angusta* Freyn., and to provide basis for quality control of the herbs. **Methods:** Analysis was carried out on a Diamonsil C₁₈ column (250 mm×4.6 mm, 5 μ m) using acetonitrile-0.1% phosphoric acid as mobile phase at the flow rate of 1.0 mL·min⁻¹ for gradient elution and the detection wavelength was 350 nm. The column temperature was set at 25 $^{\circ}$ C and the injection volume was 10 μ L.

* 辽宁省教育厅科学研究项目 (项目编号 LYB201608); 2016 年辽宁大学“大学生创新创业训练计划”项目 (项目编号 x201610140235)

** 通信作者 Tel:(024)62202469; E-mail: ylsang1973@163.com

第一作者 Tel:(024)62202469; E-mail: 18842505996@163.com

Results: The lowest detection limits of kaempferol-3-O- α -L-rhamnoside, quercetin, tricetin and kaempferol were 0.20, 0.21, 0.21 and 0.20 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$, respectively. The linear ranges of the analytes were 6.85–1 369.60 ($r=0.999\ 9$), 6.34–1 267.20 ($r=0.999\ 8$), 3.33–665.60 ($r=0.999\ 9$) and 3.45–689.60 ($r=0.999\ 9$) $\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$, respectively. The average recoveries of the components were within 98.1% and 100.1%. Ranges of the content of kaempferol-3-O- α -L-rhamnoside, quercetin, tricetin and kaempferol in *Vicia amoena* Fisch. were 0.013–0.232, 0.007–0.165, 0.006–0.122 and 0.008–0.153 $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$, respectively. Ranges of those in *Vicia amoena* Fisch.var.*angusta* Freyn. were 0.010–0.231, 0.022–0.196, 0.012–0.200 and 0.010–0.208 $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$, respectively. **Conclusion:** Reliable method was offered for determination of kaempferol-3-O- α -L-rhamnoside, quercetin, tricetin and kaempferol in the two herbs.

Keywords: *Vicia amoena* Fisch.; *Vicia amoena* Fisch.var.*angusta* Freyn.; kaempferol; quercetin; tricetin; kaempferol-3-O- α -L-rhamnoside; flavonoids; HPLC

北方透骨草为豆科(Leguminosae)野豌豆属(*Vicia* L.)山野豌豆(*Vicia amoena* Fisch.)和狭山野豌豆(*Vicia amoena* Fisch.var.*angusta* Freyn.)的干燥地上部分,现收载于2015年版中国药典四部附录^[1]、《辽宁植物志》^[2]《中药大辞典》^[3]等,具有祛风除湿,活血止痛之功效,用于治疗风湿疼痛、疮痍肿毒^[4]等症。2015年版中国药典一部处方制剂中,有3个制剂的处方中含有透骨草,分别为坎离砂^{[5]911}、养血荣筋丸^{[5]1279}、疏痛安涂膜剂^{[5]1640}。课题组对山野豌豆的变种狭山野豌豆进行化学分离,得到黄酮类化合物山柰酚-3-O- α -L-鼠李糖苷、槲皮素、苜蓿素、山柰酚。其中山柰酚^[6]具有抗癌、抗炎、抗菌、抗病毒作用;槲皮素^[7]可以抗癌、抗炎、抗氧化、抗突变;苜蓿素^[8]也具有抗癌、抗氧化、抗病毒等作用。本实验采用HPLC法^[9-14]检测山野豌豆与狭山野豌豆中山柰酚-3-O- α -L-鼠李糖苷、槲皮素、苜蓿素、山柰酚的含量,以期建立山野豌豆与狭山野豌豆质量标准的建立提供可靠依据。

1 仪器与材料

CTO-20AC 高效液相色谱仪(日本岛津公司); Diamonsil C₁₈ 色谱柱(200 mm × 4.6 mm, 5 μm ; 填料:十八烷基硅烷键合硅胶;北京迪马科技有限公司); BS124S 精密电子分析天平(赛多利斯仪器有限公司); Direct-Q3 超纯水器(法国 MILLIPORE); KQ5200B 超声提取器(昆山市超声仪器有限公司)。

对照品山柰酚-3-O- α -L-鼠李糖苷、槲皮素、苜蓿素、山柰酚均为本实验室采用硅胶柱层析法提取分离药材狭山野豌豆制得,质量分数均 $\geq 98\%$ 。乙腈、磷酸、甲醇为色谱纯,实验用水为二次纯化水。山野豌豆茎叶(SY150701、SY150705、SY150712、

SY150912、SY150918、SY150922)与狭山野豌豆茎叶(批号为XY150701、XY150705、XY150712、XY150912、XY150918、XY150922)均为本实验室采自辽宁省,经辽宁省药品检验检测院中药室王维宁主任药师鉴定为豆科植物(Leguminosae)野豌豆属(*Vicia* L.)植物狭山野豌豆(*Vicia amoena* Fisch.var.*angusta* Freyn)和山野豌豆(*Vicia amoena* Fisch.);药材留样存放于辽宁省药品检验检测院中药室标本室。

2 方法与结果

2.1 色谱条件与系统适用性试验

色谱柱: Diamonsil C₁₈(200 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相: 乙腈-0.1% 磷酸,梯度洗脱,见表1; 流速: 1.0 $\text{mL} \cdot \text{min}^{-1}$; 紫外检测波长: 350 nm; 柱温: 25 $^{\circ}\text{C}$; 进样量: 10 μL 。在上述色谱条件下,对照品与样品中被测组分均能达到基线分离,峰形对称,分离度好,结果见图1。

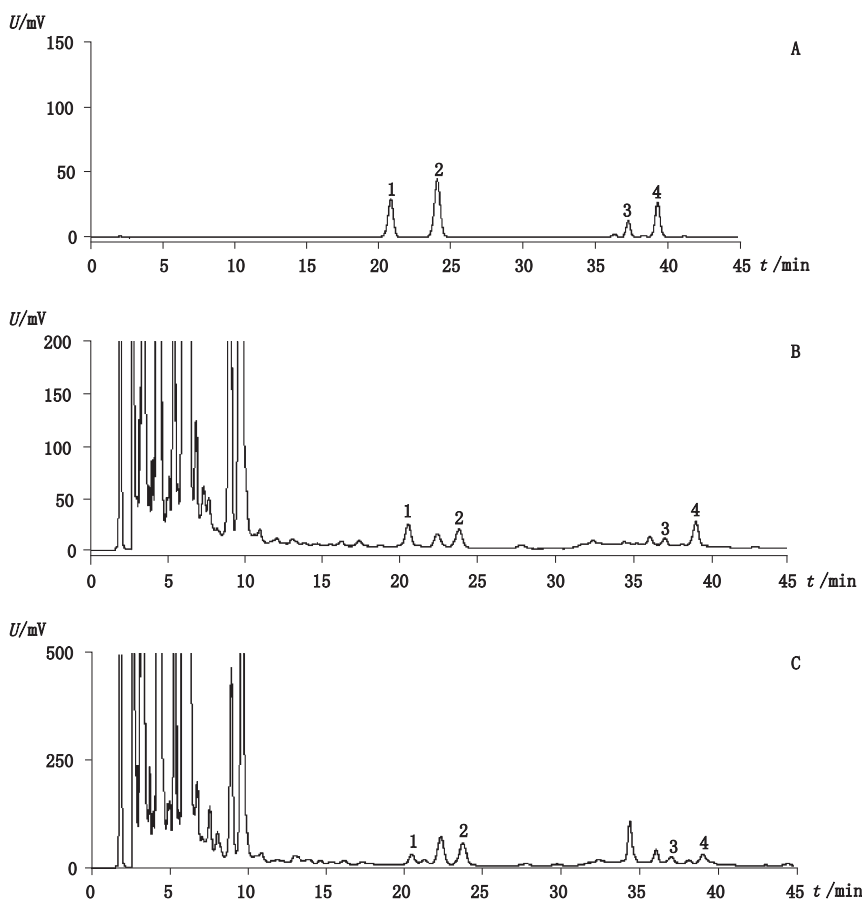
表1 梯度洗脱程序

Tab. 1 Gradient elution program

时间 (time)/min	乙腈 (acetonitrile)/%	0.1% 磷酸 (0.1% phosphoric)/%
0~25	24	76
25~27	24 → 30	76 → 70
27~42	30	70

2.2 混合对照品溶液的制备

分别取山柰酚-3-O- α -L-鼠李糖苷、槲皮素、苜蓿素、山柰酚的对照品适量,精密称定,置20 mL量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,制成山柰酚-3-O- α -L-鼠李糖苷、槲皮素、苜蓿素、山柰酚质量浓度分别为1 369.60、1 267.20、665.60、689.60 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的混合溶液,即得。



1. 山柰酚-3-O- α -L-鼠李糖苷 (kaempferol-3-O- α -L-rhamnoside) 2. 槲皮素 (quercetin) 3. 苜蓿素 (tricin) 4. 山柰酚 (kaempferol)

图1 混合对照品 (A)、山野豌豆 (B) 狭山野豌豆 (C) HPLC 色谱图

Fig. 1 HPLC chromatograms of mixed reference substances (A), *Vicia amoena* Fisch (B) and *Vicia amoena* Fisch. var. *angusta* Freyn. (C)

2.3 供试品溶液的制备

2.3.1 山野豌豆供试品溶液 精密称取山野豌豆茎叶粉末(4号筛)5 g, 置具塞锥形瓶中, 加入70%甲醇水溶液50 mL, 超声(频率为40 kHz, 功率为200 W)提取2次, 每次30 min, 滤过, 合并滤液, 滤液蒸至近干; 残渣加水50 mL使溶解, 用乙酸乙酯振摇提取2次, 每次50 mL, 合并乙酸乙酯液, 挥干, 残渣加甲醇使溶解, 转移至2 mL量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 即得。

2.3.2 狭山野豌豆供试品溶液 精密称取狭山野豌豆茎叶粉末(4号筛)5 g, 其余操作同“2.3.1”项方法, 即得。

2.4 线性关系考察及检测限测定

精密量取混合对照品溶液10.00、5.00、2.50、1.50、0.30、0.10 mL, 分别置20 mL量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 得到包括原浓度在内的7个浓度的混合对照品溶液, 各质量浓度溶液分别过0.22 μ m

微孔滤膜, 进样10 μ L, 进行色谱分析; 以峰面积值(A)对质量浓度(C)进行线性回归, 分别得山柰酚-3-O- α -L-鼠李糖苷、槲皮素、苜蓿素和山柰酚回归方程:

$$A=2.000\ 0 \times 10^7 C-38\ 075 \quad r=0.999\ 9$$

$$A=3.000\ 0 \times 10^7 C+63\ 834 \quad r=0.999\ 8$$

$$A=1.000\ 0 \times 10^7 C-19\ 695 \quad r=0.999\ 9$$

$$A=3.000\ 0 \times 10^7 C-78\ 995 \quad r=0.999\ 9$$

质量浓度分别在6.85~1 369.60、6.34~1 267.20、3.33~665.60、3.45~689.6 μ g \cdot mL⁻¹ 范围内与峰面积呈良好的线性关系。

按照信噪比3:1, 山柰酚-3-O- α -L-鼠李糖苷、槲皮素、苜蓿素、山柰酚检测限分别为0.20、0.21、0.21、0.20 μ g \cdot mL⁻¹。

2.5 精密度试验

取山柰酚-3-O- α -L-鼠李糖苷、槲皮素、苜蓿素、山柰酚质量浓度分别为171.20、158.40、166.40、

172.40 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的混合对照品溶液,连续进样6次,结果上述各化合物峰面积的RSD ($n=6$) 分别为0.37%、0.37%、0.31%、0.44%。

2.6 稳定性试验

取同一批山野豌豆茎叶(批号SY150912)按“2.3.1”项方法处理后,分别在0、2、4、8、12、24 h进样10 μL ;结果山柰酚-3-*O*- α -*L*-鼠李糖苷、槲皮素、苜蓿素、山柰酚峰面积的RSD ($n=6$) 分别为0.76%、0.29%、1.1%、2.1%,表明供试品溶液在24 h内稳定。

取同一批狭山野豌豆茎叶(批号XY150918)按“2.3.2”项方法处理后,分别在0、2、4、8、12、24 h进样10 μL ;结果山柰酚-3-*O*- α -*L*-鼠李糖苷、槲皮素、苜蓿素、山柰酚峰面积的RSD ($n=6$) 分别为0.24%、1.7%、2.2%、0.49%,表明供试品溶液在24 h内稳定。

2.7 重复性试验

取同一批山野豌豆茎叶(批号SY150912)按“2.3.1”项方法平行制备6份供试品溶液,进样10 μL ;结果山柰酚-3-*O*- α -*L*-鼠李糖苷、槲皮素、苜蓿素、山柰酚平均含量 ($n=6$) 分别为0.139、0.111、0.081、0.153 $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$,RSD 分别为1.1%、0.64%、1.5%、2.3%。

取同一批狭山野豌豆茎叶(批号XY150918)按“2.3.2”项方法平行制备6份供试品溶液,进样10 μL ;结果山柰酚-3-*O*- α -*L*-鼠李糖苷、槲皮素、苜蓿素、山柰酚平均含量 ($n=6$) 分别为0.100、0.100、0.105、0.102 $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$,RSD 分别为2.2%、1.6%、2.1%、1.3%。

2.8 加样回收率试验

取同一批已测知含量的山野豌豆茎叶(批号SY150912),精密称取2.5 g,平行6份,置具塞锥形瓶中,分别加入混合对照品溶液(山柰酚-3-*O*- α -*L*-鼠李糖苷质量浓度为342.40 $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$,槲皮素质量浓度为316.80 $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$,苜蓿素质量浓度为166.40 $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$,山柰酚质量浓度为344.80 $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)1.0 mL,按照“2.3.1”项方法处理后按“2.1”项色谱条件进样分析;结果山柰酚-3-*O*- α -*L*-鼠李糖苷、槲皮素、苜蓿素、山柰酚的平均回收率 ($n=6$) 分别为99.1%、98.2%、100.1%、98.3%,RSD 分别为1.3%、1.0%、1.7%、0.90%。

取同一批已测知含量的狭山野豌豆茎叶(批号

XY150918),精密称取2.5 g,平行6份,置具塞锥形瓶中,分别加入混合对照品溶液(山柰酚-3-*O*- α -*L*-鼠李糖苷质量浓度为171.20 $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$,槲皮素质量浓度为158.40 $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$,苜蓿素质量浓度为166.40 $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$,山柰酚质量浓度为172.40 $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)1.5 mL,按照“2.3.2”项方法处理后按“2.1”项色谱条件进样分析。结果山柰酚-3-*O*- α -*L*-鼠李糖苷、槲皮素、苜蓿素、山柰酚的平均回收率 ($n=6$) 分别为98.9%、98.1%、99.6%、98.1%,RSD 分别为1.0%、0.86%、1.2%、0.99%。

2.9 样品测定

取6批山野豌豆茎叶样品各2份,按照“2.3.1”项方法制备供试品溶液,每份溶液按“2.1”项色谱条件进样测定2次,结果见表2。

表2 山野豌豆样品测定结果 ($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$)

Tab. 2 The determination results of *Vicia amoena* Fisch.

编号 (NO.)	山柰酚-3- <i>O</i> - α - <i>L</i> - 鼠李糖苷			
	(kaempferol-3- <i>O</i> - α - <i>L</i> - rhamnoside)	槲皮素 (quercetin)	苜蓿素 (tricin)	山柰酚 (kaempferol)
SY150701	0.013	0.007	0.006	0.008
SY150705	0.057	0.036	0.013	0.016
SY150722	0.104	0.090	0.067	0.044
SY150912	0.139	0.111	0.081	0.153
SY150918	0.021	0.017	0.011	0.011
SY150922	0.232	0.165	0.122	0.100

取6批狭山野豌豆茎叶样品各2份,按照“2.3.2”项方法制备供试品溶液,每份溶液按“2.1”项色谱条件进样测定2次,结果见表3。

表3 狭山野豌豆样品测定结果 ($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$)

Tab. 3 The determination results of *Vicia amoena* Fisch.

var. *angusta* Freyn.

编号 (NO.)	山柰酚-3- <i>O</i> - α - <i>L</i> - 鼠李糖苷			
	(kaempferol-3- <i>O</i> - α - <i>L</i> - rhamnoside)	槲皮素 (quercetin)	苜蓿素 (tricin)	山柰酚 (kaempferol)
XY150701	0.010	0.022	0.012	0.010
XY150705	0.086	0.091	0.076	0.066
XY150722	0.078	0.086	0.085	0.090
XY150912	0.231	0.196	0.200	0.208
XY150918	0.100	0.100	0.105	0.102
XY150922	0.127	0.113	0.132	0.101

3 讨论

透骨草具有祛风除湿及活血止痛功能,用于风湿疼痛、痤疮肿毒等,始见于明·《救荒本草》^[15],《中国植物志》^[16]、《辽宁植物志》均有记载,为中国药典2015年版四部附录收录品种。《辽宁省中药材标准第一册》(2009年版)^[17]记载有山野豌豆、假香野豌豆、广布野豌豆3个物种,但毛山野豌豆、狭山野豌豆在《中国植物志》、《辽宁植物志》中记载为山野豌豆的变种,在辽、吉、黑三省广为习用,且中国药典2015年版四部附录也把毛山野豌豆、狭山野豌豆单列在透骨草中。

通过对山柰酚-3-O- α -L-鼠李糖苷、槲皮素、苜蓿素、山柰酚进行紫外扫描得知:以上4个单体成分在212、260、350 nm处有最大吸收。但是,212 nm处于末端吸收,样品中有其他杂质进行紫外吸收,从而产生干扰峰,影响目标峰的分度。并且经过比较发现在350 nm处4个单体成分均有最大紫外吸收值。因此,将350 nm作为4个单体成分的检测波长。

由于4个单体成分均为黄酮类化合物,并且化合物结构较为类似,因此分别尝试使用甲醇与冰醋酸、甲醇与磷酸、乙腈与冰醋酸、乙腈与磷酸作为流动相,调节柱温以及使用不同的色谱柱(Diamonsil C₁₈、Agilent ZORBAX SB-Phenyl)等色谱条件进行山柰酚-3-O- α -L-鼠李糖苷、槲皮素、苜蓿素、山柰酚的色谱分析。结果发现:流动相为乙腈-0.1%磷酸水溶液;紫外检测波长为350 nm;柱温25℃时,4个单体化合物分离度较高,基线平稳,峰型对称,达到检测分离的目的。

药材提取方法采用超声提取,本试验对超声时间进行了考察,依次为10、20、30、40、50 min,发现30 min以后,所提取样品中4个黄酮的量基本一致。鉴于节省试验时间与能源,将超声提取时间定为30 min。所用提取溶剂选择,通过40%~95%乙醇水溶液提取通过液相色谱检测,发现70%乙醇水溶液提取物中黄酮量最多,但是色谱图中对照品峰附近有杂质峰干扰,因此,采用乙酸乙酯萃取,去除杂质峰。从实验结果看山野豌豆与狭山野豌豆各6批样品的含量差别较大,可能是由于样品采集时间不同,生长地点以及生长环境不同(光照、水分、土壤等)造成的。

通过对透骨草山野豌豆与狭山野豌豆的研究文献以及处方应用^[18-22]查找发现:其处方在民间的使

用较为广泛,但是对其质量控制标准报道较少。本实验室对山野豌豆与狭山野豌豆中的主要成分进行定量分析,建立的HPLC方法简单快速,灵敏度高,准确可靠,为其载入《药典》以及部颁标准奠定了基础。同时也为临床检测富含山柰酚-3-O- α -L-鼠李糖苷、槲皮素、苜蓿素、山柰酚的药材和制剂提供了良好的检测手段。

参考文献

- [1] 中国药典2015年版. 四部[S]. 2015: 422
ChP 2015. Vol IV [S]. 2015: 422
- [2] 李书心. 辽宁植物志[M]. 沈阳: 辽宁科学技术出版社, 1988: 959
LI SX. Flora of Liaoning [M]. Shenyang: Liaoning Science and Technology Press, 1988: 959
- [3] 江苏新医学院. 中药大辞典[M]. 上海: 上海人民出版社, 1979: 1878
Jiangsu New Medical College. Chinese Dictionary of traditional Chinese Medicine [M]. Shanghai: Shanghai People's Publishing House, 1979: 1878
- [4] 蔡少青, 王璇, 李胜华, 等. 常用中药材品种整理和质量研究. 第六册[M]. 北京: 北京大学医学出版社, 2003: 29
CAI SQ, WANG X, LI SH. *et al.* Species Systematization and Quality Used Chinese Traditional Drugs. Vol.6 [M]. Beijing: Peking University Medical Press, 2003: 29
- [5] 中国药典2015年版. 一部[S]. 2015: 911, 1279, 1640
ChP 2015. Vol I [S]. 2015: 911, 1279, 1640
- [6] 陈育华, 周克元, 袁汉尧. 山柰酚药效的研究进展[J]. 广东医学, 2010, 31(8): 1064
CHEN YH, ZHOU KY, YUAN HR. Research progress on pharmacology of kaempferol [J]. Guangdong Med J, 2010, 31(8): 1064
- [7] 俞一心, 戈升荣, 王桂珍. 槲皮素及其衍生物的药理作用研究进展[J]. 中药材, 2003, 26(12): 902
YU YX, GE SR, WANG GZ. Research progress on the pharmacological of quercetin and its derivatives [J]. Tradit Chin Med Mater, 2003, 26(12): 902
- [8] SHALINI V, JAYALEKSHMI A, HELEN A. Mechanism of anti-inflammatory effect of tricetin, a flavonoid isolated from Njavara rice bran in LPS induced hPBMCs and carrageenan induced rats [J]. Mol Immunol, 2015, 66(2): 229
- [9] 孙莲, 严雷, 石晓呢, 等. RP-HPLC测定桑叶、桑枝和桑花中槲皮素和山柰酚的含量[J]. 药物分析杂志, 2005, 25(10): 1230
SUN L, YAN L, SHI XN, *et al.* RP-HPLC determination of quercetin and kaempferol in mulberry leaves, twigs and flowers [J]. Chin J Pharm Anal, 2005, 25(10): 1230
- [10] 朱晓勤, 彭水梅, 吴锦忠. HPLC测定截叶铁扫帚不同药用部位中槲皮素、山柰酚的含量[J]. 中国实验方剂学杂志, 2012, 18(10): 80

- ZHU XQ, PENG SM, WU JZ. Determination of quercetin and kaempferol from different medicinal parts of *Lespedeza cuneata* by HPLC [J]. *Chin J Exp Tradit Med Form*, 2012, 18(10): 80
- [11] 姚帅, 杨跃华, 刘岩, 等. RP-HPLC 同时测定大卫颗粒中绿原酸、黄芩苷、连翘苷、黄芩素和汉黄芩素的含量 [J]. *药物分析杂志*, 2012, 32(7): 1253
- YAO S, YANG YH, LIU Y, *et al.* RP-HPLC simultaneous determination of chlorogenic acid, baicalin, phillyrin, baicalein and wogonin in Dawei granules [J]. *Chin J Pharm Anal*, 2012, 32(7): 1253
- [12] 周蓬, 宋青, 马帅. HPLC 法同时测定小儿豉翘清热颗粒中梔子苷、芍药苷、黄芩苷、黄芩素和汉黄芩素 [J]. *中成药*, 2013, 35(8): 1693
- ZHOU P, SONG Q, MA S. Simultaneous determination of geniposide, peoniflorin, baicalin, baicalein, wogonin in Xiao'er Chiqiao Qingre granules by HPLC [J]. *Chin Tradit Pat Med*, 2013, 35(8): 1693
- [13] 郭向群, 曹建民, 张志琴. HPLC 法同时测定楚雄臭菜中槲皮素和山柰酚的含量 [J]. *实用药物与临床*, 2015, 18(6): 696
- GUO XQ, CAO JM, ZHANG ZQ. Determination of quercetin and kaempferol in acacia pennata from Chuxiong by HPLC [J]. *Pract Pharm Clin Rem*, 2015, 18(6): 696
- [14] 郭炬亮, 李新霞, 支玲. HPLC 测定糙枝金丝桃中绿原酸、芦丁、金丝桃苷、槲皮素和山柰酚 [J]. *中国实验方剂学杂志*, 2013, 19(11): 75
- GUO JL, LI XX, ZHI L. Simultaneous determination of chlorogenic acid, rutin, hyperoside, quercetin and kaempferol in hypericum scabrum by HPLC [J]. *Chin J Exp Tradit Med Form*, 2013, 19(11): 75
- [15] 黑龙江省中药材标准 [S]. 2001: 178
- Standard of Chinese Medicinal Materials of Heilongjiang Province [S]. 2001: 178
- [16] 崔鸿宾. 中国植物志. 第 42 卷第 2 册 [M]. 北京: 科学出版社, 1998: 236
- CUI HB. *Flora of China*. Vol 42 book 2 [M]. Beijing: Science Press, 1998: 236
- [17] 辽宁省中药材标准. 第一册 [S]. 2009: 134
- Standard of Chinese Medicinal Materials of Liaoning Province. Vol 1 [S]. 2009: 134
- [18] 黄日一. 离子导入治疗腰腿痛 78 例报告 [J]. *中医药学报*, 1992(3): 20
- HUANG RY. The report of 78 cases of iontophoresis in the treatment of lumbocurral pain [J]. *J Tradit Chin Med*, 1992(3): 20
- [19] 黄中强, 叶宏伟, 叶建勋. 关节痛片治疗膝关节骨性关节炎 90 例疗效观察 [J]. *新中医*, 2002, 34(9): 23
- HUANG ZQ, YE HW, YE JX. Curative effect observation of 90 cases of knee osteoarthritis treated by joint pain [J]. *New Tradit Chin Med Sci*, 2002, 34(9): 23
- [20] 魏景梅. 推拿、熏洗法治疗肩周炎 100 例 [J]. *河南中医*, 1996, 16(6): 367
- WEI JM. 100 cases of massage and fumigation in treating scapulohumeral periarthritis [J]. *Henan Tradit Chin Med*, 1996, 16(6): 367
- [21] 李凤海. 中药熏蒸牵引治疗腰椎间盘突出症 168 例 [J]. *中医外治杂志*, 1995(2): 19
- LI FH. 168 cases of treatment of lumbar intervertebral disc protrusion by fumigation with traditional Chinese medicine [J]. *J Extern Ther Tradit Chin Med*, 1995,(2): 19
- [22] 曹钊. 活络通利散熏洗配合功能锻炼治疗骨折病 316 例 [J]. *浙江中医杂志*, 1996, 31(7): 324
- CAO F. Fumigation of Huoluotonglisan combined with functional exercise in treatment of fracture disease in 316 cases [J]. *Zhejiang J Tradit Chin Med*, 1996, 31(7): 324

(本文于 2016 年 3 月 18 日收到)