

## 木香顺气丸甲醇提取物的 HPLC 指纹图谱

魏清芳, 王嘉林

(洛阳市食品药品检验所, 河南 洛阳 471023)

**[摘要]** 目的: 建立木香顺气丸(陈皮, 厚朴, 苍术等)甲醇提取物指纹图谱的 HPLC 指纹图谱分析条件, 为木香顺气丸的内在质量评价积累数据, 为优化及评价中药复方指纹图谱提供一种方法。方法: 采用 HPLC-UV 检测, ZORBAX Eclipse XDB-C<sub>18</sub> (4.6 mm × 150 mm, 5 μm) 色谱柱, 乙腈-水为流动相, 在 35 °C 柱温下采用梯度洗脱, 流速 1 mL·min<sup>-1</sup>; 检测波长 280 nm, 225 nm (木香); 进样量 5 μL; 实验比较了 7 个厂家和自制木香顺气丸的高效液相指纹图谱, 并考察了单味药材的高效液相指纹图谱。结果: 该方法在 104 ~ 520 mg·L<sup>-1</sup> 线性关系良好,  $Y = 70.580X + 1.1875$ ,  $r = 0.9997$  (和厚朴酚); 木香顺气丸甲醇提取物各组分分离较好, 精密度、稳定性、重复性好, 相对保留时间 RSD 小于 0.5%。结论: 表明 HPLC 指纹图谱方法重现性好, 稳定性可靠, 可用于木香顺气丸的质量控制方法, 不同厂家木香顺气丸质量有差异, 而药材是影响木香顺气丸质量差异的因素之一。

**[关键词]** 木香顺气丸; 陈皮; 香附; 指纹图谱; 高效液相色谱

**[中图分类号]** R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2011)08-0110-06

## HPLC Fingerprint Analysis for Methanol Extraction of Muxiang Shunqi Pills

WEI Qing-fang, WANG Jia-lin

(Luoyang Institute for Food and Drug Control, Luoyang 471023, China)

**[Abstract]** **Objective:** To investigate the fingerprint for methanol extraction of Muxiang Shunqi pills by HPLC-UV. **Method:** The samples were separated with an Agilent Zorbax Eclipse XDB C<sub>18</sub> reversed-phase column (4.6 mm × 150 mm, 5 μm) by linear gradient elution using water-acetonitrile as mobile phase; the flow rate was 1 mL·min<sup>-1</sup> and the detection wavelength was set at 280 nm, 225 nm (rosa banksiae); the column temperature was set at 35 °C. Muxiang Shunqi pills from different pharmaceutical company were compared and the individual crude

**[收稿日期]** 20101113(002)

**[第一作者]** 魏清芳, 副主任药师, 从事药品质量标准研究, Tel: 13837973166, E-mail: weiker2001@163.com

用制备液相色谱分离并精制得到的, 分别与色谱图中 14 号和 12 号色谱峰保留时间及特征碎片离子一致。因此可证明 12 号色谱峰为马蔺子乙素, 14 号色谱峰为马蔺子甲素顺式异构体<sup>[1]</sup>。另 13 号色谱峰与 14 号色谱峰保留时间较近, 且特征碎片离子一致, 我们推测 13 号色谱峰可能是马蔺子甲素反式异构体。

本次试验的提取溶剂为分析纯乙醚, 由于乙醚长时间与氧接触和光照, 可生成过氧化乙醚, 因此色谱图中 4.1 min 出峰的成分二乙醚过氧化物, 应是提取溶剂引入。

### [参考文献]

- [1] 吴寿金, 杨企铮. 马蔺子化学成分的研究 I[J]. 化学学报, 1980, 38(2): 156.
- [2] 张学农, 阎雪莹, 唐丽华, 等. 马蔺子素冻干注射剂的制备及其稳定性考察[J]. 中成药, 2006, 28(1): 15.
- [3] 张永生. 马蔺子的生态生物性特征与生药鉴定[J]. 中草药, 1986, 17(1): 28.
- [4] 王昕, 秦民坚, 黎路, 等. 马蔺地下部分的化学成分[J]. 中国药科大学学报, 2005, 36(6): 517.
- [5] 沈文娟, 秦民坚, 邓雪阳, 等. 马蔺叶的化学成分[J]. 中国药学杂志, 2009, 44(4): 249.

[责任编辑 邹晓翠]

drugs were analyzed. **Result:** Honokiol was linear in the range of 104-520 mg·L<sup>-1</sup>,  $Y = 70\ 580X + 1.187\ 5$ .  $r = 0.999\ 7$ ; RSD of all relative retention time and relative peak area achieved good results, the precision test and stability test satisfied the requirements and repeatability test was less than 1% and 3% respectively. **Conclusion:** The quality of Muxiang Shunqi pills is obviously different; one of the main reasons of such state is the quality of crude drugs.

[**Key words**] Muxiang Shunqi pills; Pericarpium Citri Reticulatae; Cyperi Rhizoma; fingerprint; HPLC

木香顺气丸由木香、砂仁、香附(醋制)、槟榔、甘草、陈皮、厚朴(制)、枳壳(炒)、苍术(炒)、青皮(炒)组成的复方产品。主要作用行气化湿,健脾和胃。用于湿浊阻滞气机,胸膈痞闷,脘腹胀痛,呕吐恶心,暖气纳呆。本品为水丸,《卫生部中药成方制剂》质量标准中只有简单鉴别项目,而文献报道只选用易于鉴别的单味药材中成分<sup>[1]</sup>或者2种药材中组分进行含量测定<sup>[2]</sup>,难以有效地综合评价复方制剂的内在质量。利用中药指纹图谱峰相似性来评价中药的内在质量已经有诸多报道<sup>[3-4]</sup>,但是由于中成药中组方药材复杂,发挥药效的药用成分极性差别巨大,木香顺气丸为例,其中有极性很大的生物碱(槟榔碱等),同时含有弱极性的挥发油,根据已经报道的指纹图谱的建立原则<sup>[5]</sup>,其中只能选择一种提取方法对于有效成分的提取来表征成药中化合物的特征,作者以甲醇为其中一种提取溶剂,通过对照品以及对照药材和样品之间的色谱相关性,对其中的主要特征色谱峰进行了归属,并进行方法学验证,建立木香顺气丸甲醇提取物的“参照”指纹图谱,从而可以有有效的评价成药的质量,对不同厂家的成药进行了分析,由此判定商品木香顺气丸的优劣。

## 1 材料

Agilent1200 Series 高效液相色谱仪(包括四元梯度、在线脱气机、自动进样器、柱温箱、VWD 检测器、Agilent Chemstation 化学工作站),超声清洗器(40kHz, 150W, 昆山市超声仪器有限公司)。

甲醇、乙腈为色谱纯(Merck),水为娃哈哈纯净水。对照品橙皮苷(110721-200613)、柚皮苷(110721-200309)、木香羟内酯(11524-200503)、厚朴酚(110729-200411)、和厚朴酚(0730-200206),对照药材苍术(120932-200405)、槟榔(915-9903)、陈皮(120969-200507)均购自中国药品生物制品检定所,自制样品药材购自洛阳市百家好一生同仁堂药店,经本单位徐银伍药师鉴定均符合《中国药典》2005年版一部标准。木香顺气丸(均来自抽检样

品),编号S1,产于河南百年康鑫药业(批号20080401),S2产于焦作怀庆药业(批号081109),S3产于石家庄海天药业(批号20070801),S4,S5,S7产于北京同仁堂药业(批号8083025,8082042和9083109),S6产于上海华源制药安徽广生药业(批号20070528),S8产于哈药集团世一堂制药厂(批号0808704),S9产于四川禾润制药有限公司(批号090505),S10为自制样品(批号090821)。

## 2 方法

**2.1 色谱条件** 色谱柱 Zorbax Eclipse XDB C<sub>18</sub> (4.6 mm × 150 mm, 5 μm),流动相乙腈-水,梯度洗脱顺序见表1,流速为 1 mL·min<sup>-1</sup>,检测波长 280 nm,柱温为 35 ℃,时间 100 min;进样量 5 μL。

**2.2 供试品溶液制备** 精密称取 3 g 样品,置 50 mL 量瓶中,加甲醇适量,超声 30 min,放置 2 h 后定容,过滤,取续滤液。

表1 高效液相梯度洗脱程序

t/min	水/%	乙腈/%	梯度曲线
0	95	5	线性
45	60	40	线性
100	75	25	线性

**2.3 对照品及对照药材溶液的制备** 精密称取橙皮苷、柚皮苷、厚朴酚、和厚朴酚对照品 10 mg,置 100 mL 量瓶中,加甲醇适量,超声 30 min,放置 2 h 后定容,作为对照品溶液。苍术,陈皮,枳实,槟榔,按照 2.2 项下的处理方法处理。

## 2.4 指纹图谱测定的方法学考察

**2.4.1 线性关系考察** 取和厚朴酚对照品适量,分别制成含和厚朴酚 104.0, 208.0, 312.0, 416.0, 520.0 mg·L<sup>-1</sup>的溶液,按照 2.1 项下的色谱条件分别进样,以峰面积为纵坐标,以对照品浓度为横坐标进行线性回归,回归方程  $Y = 70\ 580X + 1.187\ 5$ ,  $r = 0.999\ 7$ 。

**2.4.2 精密度试验** 按样品制备方法制备木香顺气丸供试品溶液,连续进样 6 次,测定 HPLC 图,结

果各共有峰相对峰面积的 RSD < 5%, 相对保留时间的 RSD < 3%, 表明仪器精密度良好。

**2.4.3 稳定性试验** 取同一批号(批号 8082042)的供试品溶液, 分别在 0, 2, 4, 8, 12, 24 h 进样 6 次, 测定 HPLC 图, 结果各共有峰相对峰面积的 RSD < 3%, 相对保留时间的 RSD < 2%, 表明样品在 24 h 内稳定性良好。

**2.4.4 重复性试验** 按样品制备方法平行操作制备 6 份木香顺气丸供试品溶液(批号 8082042), 测定 HPLC 图, 结果各共有峰相对峰面积的 RSD < 3%, 相对保留时间的 RSD < 2%, 表明方法重复性良好。

**2.5 木香顺气丸指纹图谱的测定及技术参数**(表 2, 3, 图 1~3)

表 2 10 批木香顺气丸共有指纹峰的相对保留时间

峰号	样品批次										RSD/%
	S1	S2	S3	S4	S5	S6	S7	S8	S9	S10	
1	0.059 3	0.059 1	0.059 2	0.059 0	0.059 5	0.059 0	0.059 1	0.059 3	0.059 1	0.059 4	0.29
2	0.162 2	0.162 5	0.162 2	0.162 3	0.161 8	0.162 1	0.162 3	0.162 7	0.162 4	0.162 5	0.15
3	0.213 1	0.212 7	0.212 6	0.212 8	0.213 0	0.213 4	0.212 4	0.212 6	0.212 9	0.213 0	0.14
4	0.254 0	0.254 6	0.253 0	0.254 1	0.254 8	0.254 9	0.254 0	0.254 7	0.254 0	0.254 3	0.22
5	0.281 0	0.281 1	0.281 3	0.280 7	0.280 5	0.281 6	0.281 4	0.281 0	0.281 3	0.280 9	0.12
6	0.314 5	0.314 8	0.314 4	0.314 7	0.314 8	0.314 2	0.314 6	0.314 7	0.314 0	0.314 5	0.08
7	0.331 7	0.332 5	0.332 0	0.333 2	0.332 8	0.332 7	0.332 6	0.331 9	0.332 4	0.331 5	0.16
8	0.348 5	0.348 7	0.348 2	0.348 8	0.348 5	0.347 9	0.348 0	0.347 5	0.348 6	0.348 7	0.12
9	0.367 0	0.366 5	0.367 1	0.366 9	0.366 0	0.366 7	0.366 9	0.367 1	0.366 4	0.366 9	0.10
10	0.409 0	0.409 5	0.408 7	0.409 8	0.409 4	0.409 8	0.409 1	0.408 8	0.408 6	0.409 5	0.10
11	0.456 3	0.456 1	0.455 9	0.456 5	0.456 7	0.456 9	0.458 0	0.455 7	0.457 1	0.456 4	0.15
12	0.532 4	0.532 0	0.531 9	0.533 0	0.532 5	0.532 1	0.532 9	0.531 8	0.532 4	0.532 7	0.09
13	0.715 2	0.715 6	0.715 8	0.715 4	0.715 4	0.715 9	0.715 6	0.716 1	0.715 8	0.715 7	0.04
14	0.746 3	0.746 0	0.746 6	0.746 5	0.746 1	0.746 8	0.746 3	0.746 7	0.746 1	0.746 7	0.04
15	0.789 1	0.788 5	0.788 9	0.789 0	0.789 1	0.788 6	0.789 1	0.788 7	0.788 8	0.788 9	0.03
16	0.854 5	0.854 0	0.854 7	0.854 6	0.854 9	0.855 0	0.853 7	0.853 9	0.854 9	0.853 5	0.06
17	0.921 2	0.921 0	0.921 8	0.921 4	0.921 9	0.921 7	0.910 9	0.921 5	0.921 7	0.920 3	0.36
18	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	0
19	1.085 1	1.084 5	1.080 7	1.081 9	1.082 5	1.081 1	1.079 4	1.083 4	1.082 7	1.083 4	0.31
20	1.136 0	1.136 0	1.135 5	1.135 8	1.136 1	1.135 9	1.135 7	1.135 8	1.135 4	1.135 3	0.02
21	1.203 5	1.202 9	1.203 1	1.203 2	1.202 9	1.202 8	1.203 0	1.203 3	1.203 2	1.203 1	0.02
22	1.217 2	1.217 1	1.217 3	1.217 0	1.217 4	1.216 8	1.216 9	1.217 2	1.217 3	1.217 0	0.02
23	1.416 2	1.415 8	1.417 2	1.417 5	1.418 0	1.415 9	1.415 9	1.416 8	1.416 7	1.416 4	0.05

**2.5.1 木香顺气丸指纹峰的归属** 通过与对照药材和对照品比对, 得知峰 7, 9, 13, 14, 15, 16, 23 为陈皮的特征峰, 但是因为 23 为枳壳和其他组分共有的峰, 所以把 23 号峰排除在外。而在枳壳的药材图谱中可以看到明显的有 4 个并列在一起的峰, 而陈皮中只有 2 个并列在一起的峰, 其中 4 个峰分别为 2 个同分异构体, 通过排除与陈皮重合的峰可以判定 5, 6, 8, 10 为枳壳的特征峰, 而苍术中极性成分差别

非常大, 在 10 min 之前洗脱出大量物质, 因为与其他峰重合在一起, 故不作为特征峰, 而最终判定 20 号峰为苍术特征峰。而在 18 号峰值后出现未完全分离的一组峰只有同仁堂的木香顺气丸出现, 故将其作为特征峰 19 号, 对其积分计算总面积。

**2.5.2 参照物的选择** 在 HPLC 图谱中选择峰面积较大, 出峰时间适中且稳定的峰作为参照峰, 结果以 64.51 min 处的 peak 18 符合条件, 经过对照品

表 3 不同批次木香顺气丸甲醇提取物 HPLC 指纹图谱共有峰相对面积

峰号	样品批次									
	S1	S2	S3	S4	S5	S6	S7	S8	S9	S10
1	1.170 0	0.773 7	0.186 4	0.195 1	0.168 9	0.031 7	0.012 5	0.158 7	0.125 4	0.762 8
2	1.461 5	4.723 5	0.563 6	0.115 5	0.135 6	0.071 6	0.125 1	0.142 1	0.218 9	0.976 5
3	1.274 2	4.541 9	0.424 1	0.213 1	0.354 8	0.118 2	0.321 4	0.321 4	0.312 8	0.478 6
4	0.941 3	1.047 5	0.429 7	0.074 3	0.104 1	0.321 1	0.521 4	0.105 9	0.058 9	1.433 0
5	0.439 3	1.851 9	0.216 5	0.041 3	0.321 4	0.367 9	0.215 7	0.125 8	0.369 8	0.344 7
6	17.540	70.841	7.799 1	3.765 4	3.841 7	2.935 3	1.918 3	3.583 9	6.789 1	3.531 3
7	1.145 7	13.179	2.255 6	5.858 3	5.933 6	6.529 3	3.561 5	2.972 0	5.415 8	5.796 3
8	123.74	233.21	36.314	13.288	13.365	13.398	8.652 1	13.496	23.214	13.865
9	0.309 7	6.620 1	0.833 7	0.146 0	0.174 1	4.199 9	2.829 0	1.713 3	0.698 7	1.121 3
10	0.481 8	0.377 1	0.160 7	0.083 6	0.215 7	0.255 9	0.152 4	0.168 9	0.215 8	0.519 2
11	6.556 7	13.68 9	1.856 0	0.680 2	0.102 5	0.548 3	0.458 0	0.755 4	1.547 1	2.132 4
12	1.289 5	2.723 5	0.318 1	0.395 3	0.321 4	0.298 2	0.145 3	0.225 8	1.021 5	2.365 2
13	8.714 6	3.787 7	0.536 8	0.105 8	0.587 1	0.533 0	0.746 4	0.249 8	0.321 8	2.428 1
14	1.421 1	3.111 7	0.334 8	0.137 1	0.215 6	0.260 2	0.145 3	0.154 2	0.112 5	0.678 1
15	5.892 7	2.064 2	0.223 2	0.073 5	0.021 7	0.504 4	0.514 5	0.193 7	0.023 5	2.013 5
16	1.795 5	0.329 6	0	0.023 1	0.118 9	0.112 9	0.165 2	0.084 5	0.354 8	0.400 3
17	0.580 9	0.433 0	1.122 8	0.494 6	0.497 5	0.784 4	0.468 9	0.364 5	0.315 8	0.351 8
18	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
19	0	0	0	0.415 6	0.373 8	0	0	0.357 8	0	0
20	0.457 5	0.379 9	0.279 0	0.080 0	0.487 7	0.537 4	0.475 2	0.315 4	0.612 8	0.790 6
21	9.447 4	0.678 8	5.279 0	0.022 7	0.388 6	0.031 4	0.580 3	0.387 2	0.032 1	3.435 9
22	1.402 8	10.721	0.311 4	0.389 2	0.710 0	1.111 8	0.678 6	0.376 5	0.564 1	1.088 3
23	0	0	0	0.033 6	0.033 5	0	0.055 1	0.009 5	0.002 5	0.180 2

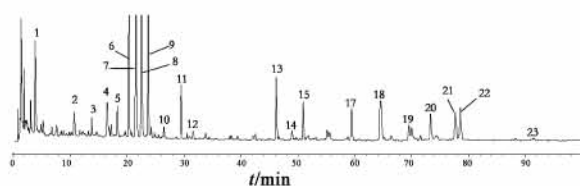


图 1 木香顺气丸甲醇提取物典型指纹图谱

确认,为和厚朴酚的吸收峰,故选择和厚朴酚作为参照物。

**2.5.3** 图 1 中确认峰归属 peak7 为橙皮苷, peak17 为厚朴酚, peak18 为和厚朴酚。

### 3 结果与讨论

**3.1 色谱条件与优化** 中成药成分复杂,里面可能含有极性差别大、且紫外吸收并不统一的组分,而达到最多基线分离的色谱峰容量是指纹图谱判定结果的最重要因素。因此我们对影响分离的因素进行了优化,其中包括不同的流动相系统,色谱柱填料的类

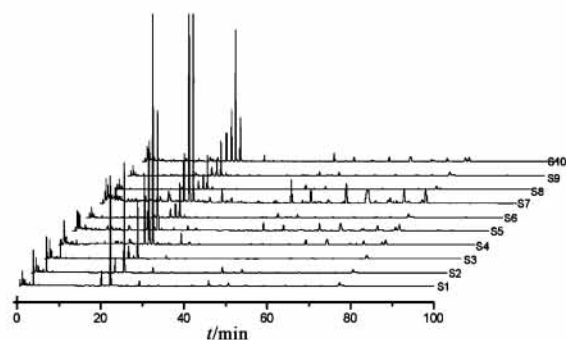


图 2 不同类型木香顺气丸样品指纹图谱

型,以及紫外吸收的不同进行了考察,最终确定了 2.1 的条件。

**3.1.1 流动相的选择** 指纹图谱库的建立最关键的是建立一个能够使多数成分在色谱图上表达,流动相系统的优化是其中最为关键的步骤,与常规单组分或者多组分( $n < 3$ )分析方法不同是,由于化合

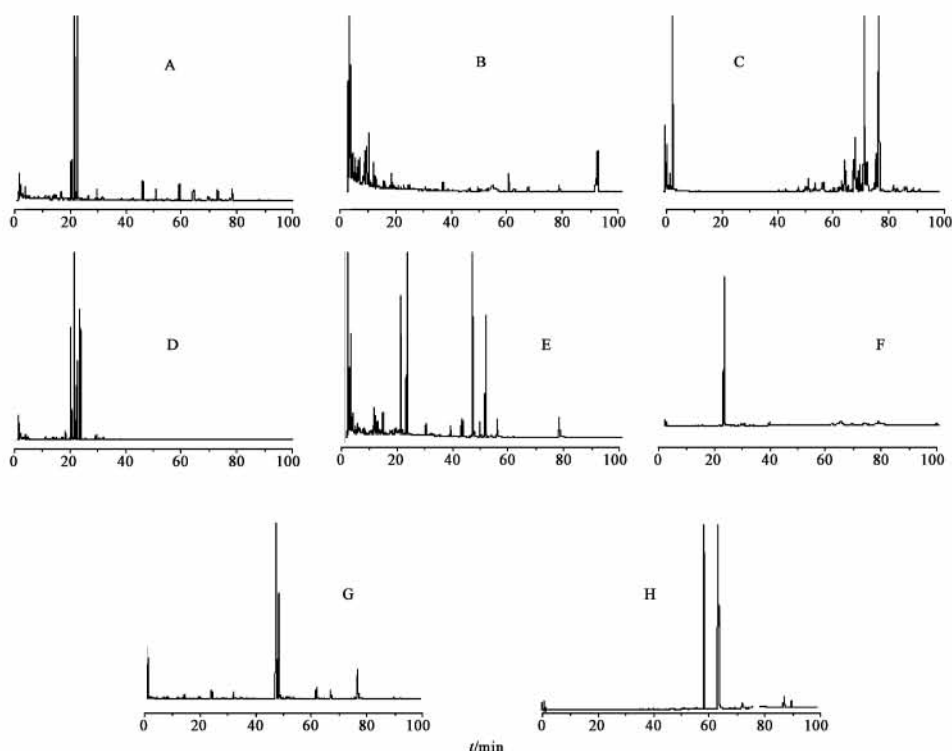


图 3 木香顺气丸、药材和对照品 HPLC 指纹图谱

A. 木香顺气丸; B. 木香(225 nm); C. 苍术; D. 枳壳; E. 陈皮; F. 橙皮苷; G. 香附;  
H. 厚朴酚和厚朴酮(前为厚朴酚,后为厚朴酮)

物极性差别巨大,往往需要采用梯度洗脱来分离, Dolan 利用 Drylab 计算机辅助优化色谱条件<sup>[6]</sup>,国内有利用高效液相色谱在线专家系统来进行色谱条件优化<sup>[7]</sup>,作者参照 Snyder 的梯度方法开发原理<sup>[8]</sup>,对流动相比例进行优化,最终选定 2.1 项下的条件作为指纹图谱分离的条件。本实验曾选用甲醇-水溶液,甲醇-磷酸水溶液,乙腈-磷酸水溶液等溶剂系统进行洗脱,结果以乙腈-水系统所得到的色谱图分离效果最好,故选择乙腈-水溶液系统为本实验的流动相系统。

**3.1.2 制备方法的优化** 中药材成分复杂,而作为复方的中成药其成分更为复杂,以木香顺气丸为例,其中含有以挥发性成分为主的厚朴、木香、香附,水溶性成分为主的槟榔(槟榔碱-生物碱类),根据指纹图谱建立的原则,要选择具有代表性的药材及成分通过优化,建立标准图谱,而甲醇作为一种极性溶剂,在《中国药典》一部中药材和成药前处理中广为使用,我们统一使用甲醇作为提取溶剂,然后对提取方法进行优化,用索氏提取、超声、静置 3 种方式,提取时间 10,30,60 min,超声 30 min 方可把其中主要成分提取完全,在溶解对照品过程中,橙皮苷不易溶

解,经过放置,橙皮苷才能完全溶解,通过观察 2 h 即可完全溶解,故选用超声 30 min,静置 2 h,作为制备方法。而对照品与对照药材亦依据此法制备。

**3.1.3 色谱柱的选择** 木香顺气丸按照 2.2 的处理方法处理以后分别用 Elite (Hypersil BDS C<sub>18</sub>), SymmetryShield™ C<sub>18</sub> 柱, Phenomenex Luna 柱, ZORBAX Eclipse XDB C<sub>18</sub> 柱进行洗脱,结果表明在 ZORBAX Eclipse XDB C<sub>18</sub> 柱子上能够得到基线分离的峰数量最多,最终选择 2.1 项下的条件进行洗脱。

**3.1.4 检测波长的选择** 木香顺气丸按照 2.2 项下的处理方法处理以后用 DAD 进行检测,在三维色谱图中发现有 2 个波段吸收峰重合最多,分别是 280,225 nm,分别提取 2 个波长的色谱图,发现 280 nm 处的峰分离度及峰容量更好,故选用 280 nm 作为吸收波长,但是根据报道<sup>[9]</sup>,木香顺气丸中的木香内酯以及土木香内酯在此波长处没有吸收,而在 225 nm 处有吸收,为了综合评价这 2 个组分的情况,我们使用 280,225 nm 来作为吸收波长。

**3.2 药材与成药指纹图谱** 不同厂家的木香顺气丸的 HPLC 指纹图谱基本一致,但是其中不同成分的峰面积变化较大,17 和 18 号峰分别代表厚朴酚

和厚朴酚,在所有批次的样品中只有同仁堂的特征峰明显,其他厂家的含量非常小。即使同一厂家不同批号之间有也个别差异,同仁堂批号为 9083109 的样品在 9 号峰保留时间处有一明显特征峰,而其他的批号则没有,而 19 号峰则只有厂家同仁堂的有,其他厂家或自制全无,具体原因尚未清楚,推测应该与药材的产地或生产工艺有关。

中药化学成分多样性和复杂性是其发挥疗效的物质基础,也是质量评价的难点与重点。目前,大量中药在其有效成分未被阐明的情况下,只能采用单一或少数几个成分做指标进行质量评价,往往不能全面反映其质量情况。木香顺气丸成分复杂,其中挥发性成分和非挥发性成分都为木香顺气丸功效必不可缺的组分,已经有报道<sup>[10]</sup>对其中主药木香建立 GC 指纹图谱,本实验建立了木香顺气丸的甲醇提取物的 HPLC 指纹图谱,对于木香顺气丸非挥发性成分中极性化合物的鉴定和质量评价提供了一个方法。

#### [参考文献]

- [1] 王丽英,王淑珍. 高效液相色谱法测定木香顺气丸中厚朴酚与和厚朴酚的含量[J]. 时珍国医国药, 2004,15(11): 744.
- [2] 孙全明,朱朝德,李春雨. HPLC 测定木香顺气丸中的 4 种有效成分[J]. 华西药学杂志, 2008, 23(2): 215.
- [3] 王龙星,肖红斌,梁鑫森,等. 一种评价中药色谱指纹谱相似性的新方法:向量夹角法[J]. 药学学报, 2002,37(9): 713.
- [4] 梁鑫森,徐青. 中药药效组分的指纹图谱分析思路与方法[J]. 中国天然药物, 2003,1(1): 57.
- [5] 曹进,饶毅,沈群,等. 中药指纹图谱及其建立原则[J]. 中药新药与临床药理, 2001,12(3): 200.
- [6] Dolan J, Lommen D, Snyder L. Drylab (R) computer simulation for high-performance liquid chromatographic method development: II. Gradient Elution [J]. J Chromatogr A, 1989,485: 91.
- [7] 阎丽丽,孙国祥,陈晓辉,等. 中药高效液相色谱指纹图谱在线专家系统设计与应用[J]. 中南药学, 2008,6(4): 466.
- [8] Snyder L, Dolan J, Gant J. Gradient elution in high-performance liquid chromatography: I. Theoretical basis for reversed-phase systems[J]. J Chromatogr A, 1979, 165(1): 3.
- [9] 王永兵,许华. 木香药材的质量评价研究——HPLC 法测定木香中 2 种倍半萜内酯的含量[J]. 药物分析杂志, 2000,20(6): 366.
- [10] 杨华生,蔡光先,杨永华,等. 木香挥发油 GC 指纹图谱的建立[J]. 湖南中医药大学学报, 2007, 3(4),18.

[责任编辑 蔡仲德]