

高效液相色谱法同时测定广东紫珠中5种成分的含量^Δ

吴颖欣^{1*}, 王汝上^{2#}, 林明越³(1. 佛山市中医院西药房, 广东 佛山 528000; 2. 广州康臣药物研究有限公司研发中心, 广州 510530; 3. 佛山市中医院制剂中心, 广东 佛山 528000)

中图分类号 R927.2 文献标志码 A 文章编号 1672-2124(2022)09-1042-04

DOI 10.14009/j.issn.1672-2124.2022.09.004

摘要 目的: 建立同时测定广东紫珠中5种有效成分的高效液相色谱法(HPLC)。方法: 采用 ZORBAX Extend-C₁₈ 色谱柱(4.6 mm×250 mm, 5 μm), 流动相为乙腈-0.1% 乙酸水, 梯度洗脱, 流速为 1 mL/min, 检测波长为 330 nm, 柱温为 35 ℃。结果: 连翘酯苷 B、金石蚕苷、毛蕊花糖苷、木犀草苷及木犀草素分别在 18.57~371.40 μg/mL ($r=0.9997$)、15.33~306.60 μg/mL ($r=0.9999$)、5.62~112.40 μg/mL ($r=0.9997$)、1.29~25.80 μg/mL ($r=0.9998$) 及 3.54~70.80 μg/mL ($r=0.9997$) 范围内线性关系良好, 平均加样回收率为 98.98%~100.20%。结论: 本研究建立了同时测定广东紫珠5种成分的 HPLC 法, 该方法快捷简便、重复性良好、结果准确可靠, 可为广东紫珠药材质量标准提升提供参考依据。

关键词 广东紫珠; 高效液相色谱法; 有效成分; 含量

Simultaneous Determination of 5 Active Components in *Callicarpae caulis et Folium* by High Performance Liquid Chromatography^Δ

WU Yingxin¹, WANG Rushang², LIN Mingyue³ (1. Dept. of Pharmacy, Foshan Hospital of TCM, Guangdong Foshan 528000, China; 2. Research and Development Center, Guangzhou Consun Drug Research Ltd., Guangzhou 510530, China; 3. Preparation Center, Foshan Hospital of TCM, Guangdong Foshan 528000, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To establish the high performance liquid chromatography (HPLC) method for simultaneous determination of 5 active components in *Callicarpae caulis et Folium*. METHODS: ZORBAX Extend-C₁₈ column (4.6 mm×250 mm, 5 μm) was adopted, the mobile phase was acetonitrile and 0.1% acetic acid with gradient elution, the flow rate was 1 mL/min, the detection wavelength was 330 nm and the column temperature was 35 ℃. RESULTS: Forsythiaside B, poliumoside, verbascoside, galuteolin and luteolin from 18.57 to 371.40 μg/mL ($r=0.9997$), from 15.33 to 306.60 μg/mL ($r=0.9999$), from 5.62 to 112.40 μg/mL ($r=0.9997$), from 1.29 to 25.80 μg/mL ($r=0.9998$) and from 3.54 to 70.80 μg/mL ($r=0.9997$) were with a good linear, the average recoveries were from 98.98% to 100.20%. CONCLUSIONS: The established HPLC method for simultaneous determination of 5 active components in *Callicarpae caulis et Folium* is simple, rapid, reproducible, accurate and reliable, and can be used to control the quality standard of *Callicarpae caulis et Folium*.

KEYWORDS *Callicarpae caulis et Folium*; High performance liquid chromatography; Active components; Content

广东紫珠 *Callicarpa kwangtungensis* Chun 为马鞭草科紫珠属落叶小灌木, 通常高约 2 m, 主要分布于江西、湖南、福建、广东和广西等南方地区的低海拔山林之中^[1]。广东紫珠原为江西萍乡地区民间习用药, 最早被收载于 1996 年《江西省药材标准》^[2]; 由于其疗效确切, 应用较为广泛, 是中成药抗宫炎片、抗宫炎颗粒的主要原料之一, 随后于 2010 年被新增收载于《中华人民共和国药典·一部》^[3]。近年来, 随着对广东紫珠资源的不断开发, 对其所含化学成分研究的报道日益增加, 从

广东紫珠地上部分分离鉴定到黄酮类、酚酸类、三萜类和苯丙素类等数十种化合物, 包括含量较高的金石蚕苷、连翘酯苷 B、毛蕊花糖苷、木犀草素及木犀草苷^[4-8]。

广东紫珠以其干燥茎枝和叶入药, 中医认为其具有收敛止血、散瘀、清热解毒的功效, 可用于衄血、咯血、吐血、便血、崩漏、外伤出血及肺热咳嗽等症^[9]。药理学研究结果显示, 广东紫珠具有抗炎^[10-11]、抗菌^[12-13]和止血^[14-15]等活性, 其所含的苯丙素类、黄酮类成分为其潜在主要药理活性成分。动物抗炎实验结果显示, 广东紫珠含有的苯丙素类成分连翘酯苷 B 能有效抑制小鼠耳肿胀及降低肿瘤坏死因子 α (TNF-α) 和白细胞介素 (IL) 6 水平^[16]; 体外细胞抗炎实验结果显示, 连翘酯苷 B、金石蚕苷和毛蕊花糖苷对脂多糖诱导的 RAW 264.7 巨噬

Δ 基金项目: 国家科技重大专项课题 (No. 2017ZX09301078)

* 主管药师。研究方向: 药学相关研究。E-mail: 40397915@qq.com

通信作者: 副主任中药师。研究方向: 中药新药研究。E-mail: resun-com@163.com

细胞增殖具有较强抑制作用,并能降低细胞内 TNF- α 和 IL-6 水平^[16]。上述研究结果提示,3 种苯丙素类苷类化合物均具有较强的抗炎作用。广东紫珠中的木犀草素和木犀草苷等主要黄酮类化合物经药效评价显示具有抗炎、止血作用,这可能是广东紫珠具有收敛止血、清热解毒功效的主要活性部位^[17-19]。中药具有多成分、多靶点、多通路协同作用特点,其所含活性成分众多,作用机制复杂多样,采用限定 1~2 个化合物含量的传统质控方法常具有较大片面性,难以充分反映药材真实质量信息。因此,建立以有效成分为核心的多指标中药质控体系方法具有较大现实意义。现行药典仅对广东紫珠中金石蚕苷及连翘酯苷 B 的含量做出规定,而毛蕊花糖苷、木犀草素和木犀草苷作为其中含量较高、药理活性明确的有效成分未见有相关含量研究报道。因此,本研究采用高效液相色谱(HPLC)法对广东紫珠中的连翘酯苷 B、金石蚕苷、毛蕊花糖苷、木犀草素和木犀草苷 5 种主要有效成分进行含量测定,以期对广东紫珠质量标准的进一步提升提供参考依据。

1 材料

1.1 仪器

Waters 2695 型高效液相色谱仪(PDA 检测器,美国 Waters 公司);ME204E 万分之一分析天平($d=0.0001$ g,瑞士 Mettler 公司);KQ-300DE 型超声波清洗器(功率为 300 W,频率为 40 kHz,昆山市超声仪器有限公司);AX-205 十万分之一电子天平($d=0.00001$ g,瑞士 Mettler 公司);CX-500A 型高速多功能粉碎机(上海市晟喜制药机械有限公司);Milli-Q Synergy 型超纯水仪(美国 Millipore 公司)。

1.2 药品与试剂

广东紫珠购自广州清平药材市场,产地为广西桂林市(8 批均取自同一种植基地),采收时间为 2019 年 8 月至 2019 年 11 月,经广州康臣药物研究有限公司王汝上高级工程师鉴定为马鞭草科植物广东紫珠 *Callicarpa kwangtungensis* Chun 的干燥茎枝及叶。连翘酯苷 B(批号:111811-201603;含量以 96.6%计)、金石蚕苷(批号:111812-201303;含量以 96.9%计)、毛蕊花糖苷(批号:111530-201914;含量以 95.2%计)、木犀草素(批号:111520-201605;含量以 99.6%计)及木犀草苷(批号:111720-201810;含量以 93.5%计)对照品均购自中国药品食品检定研究院。乙腈(色谱纯,德国 Merck 公司);乙酸(色谱纯,阿拉丁试剂有限公司);其余所用试剂均为市售分析纯。

2 方法与结果

2.1 供试品溶液的制备

将采购的广东紫珠低温干燥过夜,迅速粉碎后过三号药筛,称取过筛后的干粉约 0.5 g,精密称定,置于 50 mL 具塞锥形瓶中,加入 70%甲醇 25 mL,50 $^{\circ}$ C 下超声提取 30 min,室温(25 $^{\circ}$ C)放冷后,用 70%甲醇补足减失重量;摇匀后静置取上清液,过 0.45 μ m 微孔滤膜,即得广东紫珠供试品溶液。

2.2 混合对照品溶液的制备

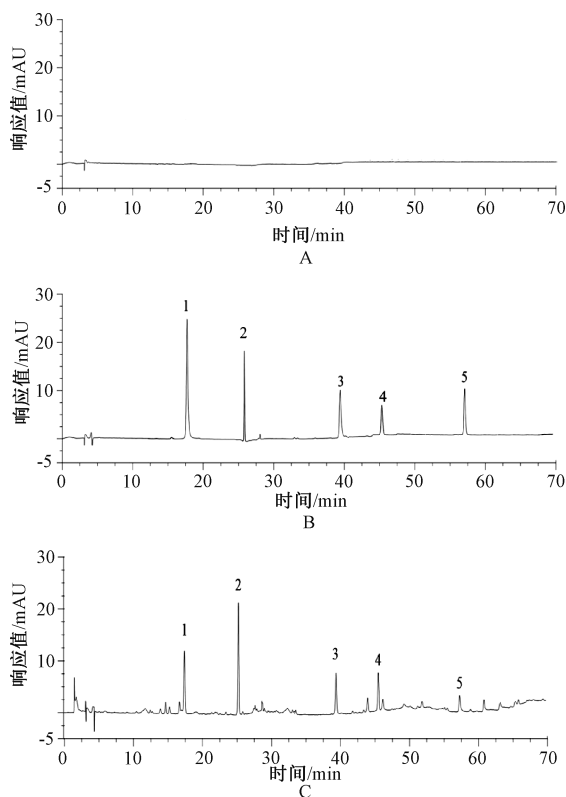
分别精密称取木犀草苷、连翘酯苷 B、木犀草素、金石蚕苷和毛蕊花糖苷对照品适量,置于 10 mL 容量瓶中,加入适量

70%甲醇超声溶解,放冷至室温后用 70%甲醇定容至刻度,制得连翘酯苷 B、金石蚕苷、毛蕊花糖苷、木犀草苷及木犀草素浓度分别为 1.857、1.533、0.562、0.129 及 0.354 mg/mL 的混合对照品溶液。

2.3 色谱条件及系统适应性考察

色谱柱为 Agilent ZORBAX Extend-C₁₈ 色谱柱(4.6 mm \times 250 mm,5 μ m)。流动相为乙腈(A)-0.1%乙酸水(B),梯度洗脱:0~5 min,20%A;5~20 min,20%~50%A;20~30 min,50%A;30~70 min,50%~80%A。流速为 1.0 mL/min;柱温为 30 $^{\circ}$ C;进样量为 10 μ L。

取空白提取溶剂、混合对照品溶液和供试品溶液,依照上述该色谱条件进样分析,观测 5 种待测成分峰形、分离度和理论塔板数等指标。结果显示,5 种待测成分色谱峰峰形尖锐对称,无峰前沿或拖尾,分离度均 ≥ 1.5 ,理论塔板数按照连翘酯苷 B 计算不低于 3 000,连翘酯苷 B、金石蚕苷、毛蕊花糖苷、木犀草苷和木犀草素保留时间分别为 17.911、26.026、39.767、45.480 和 57.003 min,表明该方法专属性良好。空白提取溶剂、混合对照品溶液和供试品溶液色谱图见图 1。



A. 空白对照品;B. 混合对照品;C. 供试品;1. 连翘酯苷 B; 2. 金石蚕苷;3. 毛蕊花糖苷;4. 木犀草苷;5. 木犀草素
A. blank control; B. mixed reference substance; C. test samples; 1. forsythiaside B; 2. poliumoside; 3. verbascoside; 4. galuteolin; 5. luteolin

图 1 HPLC 图

Fig 1 HPLC chromatogram

2.4 线性关系考察

精密吸取混合对照品溶液 0.1、0.25、0.5、1.0 和 2.0 mL

至 10 mL 容量瓶中,用 70% 甲醇定容至刻度,充分混合均匀后
即得梯度浓度混合对照品工作液。按上述色谱条件进行测
定,以对照品浓度为横坐标(X),以对应色谱峰峰面积为纵坐
标(Y)绘制标准曲线,计算得回归方程,结果见表 1。

表 1 5 个成分的标准曲线回归方程

Tab 1 Regression equation of standard curve of

5 components

| 成分 | 回归方程 | r | 线性范围/($\mu\text{g/mL}$) |
|--------|-------------------------|---------|---------------------------|
| 连翘酯苷 B | $Y=2\,749.7 X+1\,984.4$ | 0.999 8 | 18.57~371.40 |
| 金石蚕苷 | $Y=1\,837.9 X-2\,392.7$ | 0.999 9 | 15.33~306.60 |
| 毛蕊花糖苷 | $Y=1\,184.2 X-3\,783.5$ | 0.999 7 | 5.62~112.40 |
| 木犀草苷 | $Y=974.3 X+2\,318.7$ | 0.999 8 | 1.29~25.80 |
| 木犀草素 | $Y=756.5 X-872.4$ | 0.999 7 | 3.54~70.80 |

2.5 检测限、定量限考察

取最低浓度的混合对照品工作液(连翘酯苷 B、金石蚕
苷、毛蕊花糖苷、木犀草苷和木犀草素浓度分别为 46.43、
38.33、14.05、3.23 和 8.85 $\mu\text{g/mL}$),用 70% 甲醇稀释成系列
浓度的溶液。分别按照上述色谱条件进样分析,以信噪比
 $S/N=3$ 为检测限(LOD),以信噪比 $S/N=10$ 为定量限(LOQ)。
结果显示,连翘酯苷 B、金石蚕苷、毛蕊花糖苷、木犀草苷和木
犀草素的 LOD 分别为 0.348、0.383、0.281、0.215 和 0.295 ng,
LOQ 分别 1.160、1.277、0.936、0.717 和 0.983 ng。

2.6 方法学考察

2.6.1 精密度试验:取混合对照品溶液按上述色谱条件连续
重复测定 6 次,记录 5 种待测成分峰面积并计算 RSD 。结果显
示,连翘酯苷 B、金石蚕苷、毛蕊花糖苷、木犀草苷和木犀草素
6 次测定峰面积的 RSD 分别为 0.46%、0.48%、0.67%、0.53%
和 0.98% ($n=6$),表明该仪器精密度良好。

2.6.2 稳定性试验:取供试品溶液按上述色谱条件分别于 0、
2、4、8、12 和 24 h 时进样分析,记录 5 种待测成分峰面积并计
算 RSD 。结果显示,24 h 内 6 次进样连翘酯苷 B、金石蚕苷、毛
蕊花糖苷、木犀草苷和木犀草素峰面积的 RSD 分别为 0.84%、
0.58%、0.78%、0.69% 和 0.54%,表明样品供试品溶液在室温
条件下放置 24 h 稳定性良好。

2.6.3 重复性试验:称取广东紫珠样品(批号:190816)粉末
6 份,每份约 0.5 g,精密称定,按上述已建立的方法分别制备
供试品溶液并进样测定,记录 5 种待测成分峰面积并计算
6 次测定的平均含量和 RSD 。结果显示,连翘酯苷 B、金石蚕
苷、毛蕊花糖苷、木犀草苷和木犀草素平均含量分别为 7.84、
6.88、1.29、0.09 和 0.20 mg/g,6 次测定的 RSD 分别为
0.98%、0.81%、1.01%、0.88% 和 0.85% ($n=6$),表明建立的方
法的重复性良好。

2.6.4 加样回收率试验:称取广东紫珠(批号:190816)粉末
6 份,每份约 0.25 g,精密称定,分别加入新配置对照品溶液,
按上述已建立的方法分别制备供试品溶液并进样测定,计算
5 种待测成分平均加样回收率。结果显示,连翘酯苷 B 平均加
样回收率为 99.59%, RSD 为 1.04%;木犀草苷平均加样回收
率为 100.20%, RSD 为 2.30%;金石蚕苷平均加样回收率为
98.98%, RSD 为 1.51%;毛蕊花糖苷平均加样回收率为

99.05%, RSD 为 2.04%;木犀草素平均加样回收率为 99.83%,
 RSD 为 1.87%,表明建立的含量测定方法准确度高,见表 2。

表 2 加样回收率测定结果

Tab 2 Results of recovery rate

| 成分 | 取样量/ g | 样品中含 量/mg | 加入量/ mg | 测得量/ mg | 回收 率/% | 平均回 收率/% | RSD / % |
|--------|-----------|--------------|------------|------------|-----------|-------------|--------------|
| 连翘酯苷 B | 0.250 5 | 1.963 9 | 1.975 2 | 3.959 2 | 101.02 | 99.59 | 1.04 |
| | 0.249 8 | 1.958 4 | 1.975 2 | 3.905 4 | 98.57 | | |
| | 0.250 7 | 1.965 5 | 1.975 2 | 3.927 1 | 99.31 | | |
| | 0.250 1 | 1.960 8 | 1.975 2 | 3.905 0 | 98.43 | | |
| | 0.249 6 | 1.956 9 | 1.975 2 | 3.926 2 | 99.70 | | |
| | 0.250 8 | 1.966 3 | 1.975 2 | 3.951 8 | 100.52 | | |
| | 0.250 5 | 1.723 4 | 1.703 5 | 3.408 3 | 98.91 | | |
| | 0.249 8 | 1.718 6 | 1.703 5 | 3.450 5 | 101.67 | | |
| 金石蚕苷 | 0.250 7 | 1.724 8 | 1.703 5 | 3.392 1 | 97.87 | 98.98 | 1.51 |
| | 0.250 1 | 1.720 7 | 1.703 5 | 3.381 3 | 97.48 | | |
| | 0.249 6 | 1.717 2 | 1.703 5 | 3.395 1 | 98.50 | | |
| | 0.250 8 | 1.725 5 | 1.703 5 | 3.419 1 | 99.42 | | |
| | 0.250 5 | 0.323 1 | 0.326 6 | 0.639 4 | 96.85 | | |
| | 0.249 8 | 0.322 2 | 0.326 6 | 0.645 3 | 98.93 | | |
| | 0.250 7 | 0.323 4 | 0.326 6 | 0.651 4 | 100.43 | | |
| | 0.250 1 | 0.322 6 | 0.326 6 | 0.648 7 | 99.85 | | |
| 毛蕊花糖苷 | 0.249 6 | 0.322 0 | 0.326 6 | 0.654 1 | 101.68 | 99.05 | 2.04 |
| | 0.250 8 | 0.323 5 | 0.326 6 | 0.638 9 | 96.57 | | |
| | 0.250 5 | 0.027 6 | 0.025 3 | 0.053 2 | 101.19 | | |
| | 0.249 8 | 0.027 5 | 0.025 3 | 0.051 9 | 96.44 | | |
| | 0.250 7 | 0.027 6 | 0.025 3 | 0.053 4 | 101.98 | | |
| | 0.250 1 | 0.027 5 | 0.025 3 | 0.053 0 | 100.79 | | |
| | 0.249 6 | 0.027 5 | 0.025 3 | 0.052 4 | 98.42 | | |
| | 0.250 8 | 0.027 6 | 0.025 3 | 0.053 5 | 102.37 | | |
| 木犀草素 | 0.250 5 | 0.052 6 | 0.048 1 | 0.102 2 | 103.12 | 99.83 | 1.87 |
| | 0.249 8 | 0.052 5 | 0.048 1 | 0.100 1 | 98.96 | | |
| | 0.250 7 | 0.052 6 | 0.048 1 | 0.100 3 | 99.17 | | |
| | 0.250 1 | 0.052 5 | 0.048 1 | 0.101 0 | 100.83 | | |
| | 0.249 6 | 0.052 4 | 0.048 1 | 0.100 0 | 98.96 | | |
| | 0.250 8 | 0.052 7 | 0.048 1 | 0.099 8 | 97.92 | | |

2.7 样品的测定

取 8 个不同采收批次(采收时间自 2019 年 8 月至 2019 年
11 月)的广东紫珠样品,分别按上述已建立的方法制备供试品
溶液并进样测定,记录各样品峰面积,以外标法计算连翘酯苷 B、
金石蚕苷、毛蕊花糖苷、木犀草苷和木犀草素 5 种成分的平均
含量,见表 3。

表 3 样品的含量测定结果($n=3$,mg/g)

Tab 3 Content determination results of samples ($n=3$, mg/g)

| 批次 | 质量分数/(mg/g) | | | | |
|--------|-------------|------|-------|------|------|
| | 连翘酯苷 B | 金石蚕苷 | 毛蕊花糖苷 | 木犀草苷 | 木犀草素 |
| 190816 | 7.84 | 6.88 | 1.29 | 0.11 | 0.21 |
| 190818 | 7.95 | 6.73 | 1.36 | 0.11 | 0.23 |
| 190915 | 8.27 | 7.49 | 1.87 | 0.13 | 0.34 |
| 190919 | 8.33 | 7.53 | 2.15 | 0.17 | 0.37 |
| 190924 | 8.47 | 7.84 | 2.48 | 0.15 | 0.42 |
| 191016 | 8.76 | 7.97 | 2.65 | 0.15 | 0.35 |
| 191019 | 8.64 | 8.16 | 2.42 | 0.13 | 0.32 |
| 191107 | 8.23 | 7.72 | 2.16 | 0.12 | 0.32 |

3 讨论

3.1 供试品溶液制备方法的确定

提取溶剂、提取方法和提取时间对药材中有效成分溶出
提取均有较大影响。本实验在前期对提取条件进行了优化,
分别考察了料液比、提取溶剂、提取方法以及提取时间对 5 种

成分提取率的影响,结果提示,料液比为 1:50、以 70% 甲醇为提取溶剂、超声处理 30 min 对 5 种待测成分综合提取效率最高。

3.2 检测波长的选择

参照已有的文献报道,连翘酯苷 B、金石蚕苷和毛蕊花糖苷最大吸收波长在 330 nm 附近,木犀草苷和木犀草素最大吸收波长在 350 nm 附近^[20-22]。对供试品和对照品进行全波长(190~400 nm)光谱扫描,发现检测波长取 330 nm 时,5 种待测成分色谱峰基线较平稳、分离效果好、响应值均较大,能较好反映样品中 5 种待测成分的含量信息,故本方法最终采用 330 nm 为检测波长。

3.3 柱温的选择

柱温对色谱保留时间、分离度及峰形均有不同程度的影响,较高的柱温可有效缩短色谱峰保留时间和降低峰宽,从而缩短分析时间、提高待测成分信噪比。本实验考察了室温至 45 ℃ 范围内不同温度对 5 种待测成分分离测定效果的影响。结果显示,柱温取 35 ℃ 最优,5 种待测成分保留时间适中,色谱峰形良好、信噪比较高且与相邻色谱峰均能有效分离。

3.4 测定结果分析

黄酮类与苯丙素类成分为广东紫珠的主要化学成分,含量丰富,且具有较为显著的药理活性,是评价广东紫珠药用价值与质量控制的重要指标^[11-15]。《中华人民共和国药典:一部》(2020 年版)中,广东紫珠仅以连翘酯苷 B 和金石蚕苷含量为药材质量控制指标,中药具有整体性、多组分、多靶点的特点,仅以上述 2 种成分作为广东紫珠的质量控制标准相对不够全面,所以本实验考察了广西桂林市同一种种植基地中不同采收期广东紫珠中连翘酯苷 B、金石蚕苷、毛蕊花糖苷、木犀草苷和木犀草素 5 种有效成分的含量,结果显示,8—11 月采收的 8 批次广东紫珠中连翘酯苷 B 及金石蚕苷总量均能满足现行《中华人民共和国药典:一部》(2020 年版)的要求(两者总量 $\geq 0.5\%$),说明广东紫珠在 8—11 月时间段采收均能满足入药要求。比较 5 种待测成分在广东紫珠中的含量,发现 5 种成分在广东紫珠中的含量差异较大,广东紫珠不同采收期 5 种成分含量从高到低均为连翘酯苷 B>金石蚕苷>毛蕊花糖苷>木犀草素>木犀草苷,故当前《中华人民共和国药典》选择连翘酯苷和金石蚕苷为质控指标。比较 5 种有效成分不同采收期的含量,结果显示,5 种有效成分含量在 8—11 月均先升高后降低,其中连翘酯苷 B、金石蚕苷和毛蕊花糖苷在 10 月中下旬含量最高,木犀草苷和木犀草素在 9 月中下旬含量最高,按照当前《中华人民共和国药典》质控标准要求,最佳采收期可为 10 月份。

本实验建立的测定广东紫珠中连翘酯苷 B、毛蕊花糖苷、金石蚕苷、木犀草苷和木犀草素 5 种主要有效成分的 HPLC 法的科学性、准确性、简便性和准确度均能较好地满足科研和生产需求,可为广东紫珠质控标准的进一步提升提供一定的参考依据。

参考文献

[1] 中国科学院中国植物志编辑委员会. 中国植物志:第 65(1)卷

[M].北京:科学出版社,1982:74-75.

[2] 江西省卫生厅. 江西省中药材标准[M]. 南昌:江西科学技术出版社,1997:24-26.

[3] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典:一部[S]. 2010 年版. 北京:中国医药科技出版社,2010:40.

[4] 毕红玉,付辉政,王栋,等. 广东紫珠茎枝和叶乙酸乙酯部位的化学成分[J]. 中药材,2021,44(10):2337-2341.

[5] 毕红玉,付辉政,周志强,等. 广东紫珠叶乙酸乙酯部位的化学成分研究[J]. 中国药学杂志,2018,53(21):1810-1814.

[6] 戴冕,付辉政,周志强,等. 广东紫珠化学成分研究[J]. 中草药,2018,49(9):2013-2018.

[7] 徐云辉,蒋学阳,徐健,等. 广东紫珠的化学成分[J]. 中国药科大学学报,2016,47(3):299-302.

[8] 李坤. 广东紫珠的化学成分研究[D]. 天津:南开大学,2016.

[9] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典:一部[S]. 2020 年版. 北京:中国医药科技出版社,2020:40.

[10] ZHENG J N, ZHUO J Y, NIE J, et al. Phenylethanoid glycosides from *Callicarpa kwangtungensis* Chun attenuate TNF- α -induced cell damage by inhibiting NF- κ B pathway and enhancing Nrf2 pathway in a549 cells[J]. Front Pharmacol, 2021, 12: 693983.

[11] 许慧,牛莉鑫,李丽,等. 广东紫珠中黄酮二葡萄糖醛酸苷类化合物的分离纯化及其抗炎活性[J]. 中国医药工业杂志,2016,47(5):548-552.

[12] 杨智颖,袁欢,周莹,等. 广东紫珠中的苯丙素类化合物及其抗菌活性[J]. 天然产物研究与开发,2019,31(11):1928-1933.

[13] 聂韡,刘易鑫,房海灵,等. 广东紫珠抑菌有效部位的筛选[J]. 南方林业科学,2016,44(2):58-61.

[14] 余婧,杨义芳,胡晓,等. 广东紫珠止血谱效相关模式的研究[J]. 中国医药工业杂志,2015,46(5):467-472.

[15] 周伯庭,李新中,钟广蓉,等. 广东紫珠地上部位主要药效学试验[J]. 中国现代医学杂志,2006,16(2):204-206.

[16] 全云云,袁岸,龚小红,等. 连翘抗炎药效物质基础筛选研究[J]. 天然产物研究与开发,2017,29(3):435-438,471.

[17] WU A Z, YANG Z Y, HUANG Y M, et al. Natural phenylethanoid glycosides isolated from *Callicarpa kwangtungensis* suppressed lipopolysaccharide-mediated inflammatory response via activating Keap1/Nrf2/HO-1 pathway in RAW 264.7 macrophages cell[J]. J Ethnopharmacol, 2020, 258: 112857.

[18] 王伟,何平,江小明. 木犀草素及其黄酮苷的抗炎、抗氧化作用[J]. 食品科学,2020,41(17):208-215.

[19] 林珠灿. 景天三七止血、抗炎物质基础与质量评价的研究[D]. 南京:南京中医药大学,2014.

[20] 杨静,李艳艳,单雪峰. 高效液相色谱法同时测定小儿黄龙颗粒中芍药苷、毛蕊花糖苷和鲁斯可皂苷元的含量[J]. 中国医院用药评价与分析,2021,21(10):1219-1222,1226.

[21] 吴燕红,许妍,付辉政,等. HPLC 法同时测定两种抗胃炎软胶囊中连翘酯苷 B 和金石蚕苷的含量[J]. 江西中医药大学学报,2018,30(3):60-63.

[22] 李洁玉,周浓,阳文武,等. HPLC 法测定仙桃草中芦丁、木犀草苷、木犀草素的含量[J]. 西南师范大学学报(自然科学版),2017,42(8):80-84.

(收稿日期:2021-08-26 修回日期:2022-06-28)