不同产地苍耳子 HPLC 指纹图谱 及主要成分含量测定研究

何 钦1 郑 薇1 李伟东2 金俊杰3 蔡宝昌2,3 董自波4 秦昆明3,4

(1 苏州市中西医结合医院,苏州,215000; 2 南京中医药大学药学院,南京,210023; 3 南京海源中药饮片有限公司, 南京,210061; 4 淮海工学院药学院,连云港,222005)

摘要 目的:研究建立不同产地苍耳子的 HPLC 指纹图谱,并对不同产地苍耳子药材中 4 个主要成分进行含量测定,为制定苍耳子药材的质量标准提供参考。方法:采用高效液相色谱方法,测定了 10 批苍耳子药材样品,采用国家药典委员会的中药指纹图谱相似度计算软件进行数据分析,从而建立苍耳子药材的指纹图谱共有模式。结果:从不同产地苍耳子HPLC 指纹图谱中,确定了 16 个指纹图谱共有峰,建立了指纹图谱共有模式;测定了不同产地苍耳子中 4 个主要成分含量。结论:本方法稳定,重现性好,所建立的对照指纹图谱和含量限度标准可以用于不同苍耳子药材的质量评价和质量控制。 关键词 苍耳子药材:指纹图谱:高效液相色谱;主要成分:质量控制;含量测定;产地

Study on the Fingerprint of Xanthium sibiricum L. from Different Origins and the Content Determination of Its Main Components

He Qin¹, Zheng Wei¹, Li Weidong², Jin Junjie³, Cai Baochang^{2,3}, Dong Zibo⁴, Qin Kunming^{3,4}

(1 Suzhou Integrated Chinese and Western Medicine Hospital, Suzhou 215000, China; 2 College of Pharmacy, Nanjing University of Chinese Medicine, Nanjing 210023, China; 3 Nanjing Haiyuan Prepared Slices of Chinese Crude Drugs Co. Ltd,

Nanjing 210061, China; 4 School of Pharmacy, HuaiHai Institute of Technology, Lianyungang 222005, China)

Abstract Objective: To study the HPLC fingerprint of Fructus Xanthii, and to evaluate the quality of Fructus Xanthii from different habitats and batches, and to provide a reference for the formulation of the overall quality standard of Xanthium herbs. Methods: A total of 10 batches of Fructus Xanthii were determined by high performance liquid chromatography, and the data were analyzed by the similarity calculation software of the National Pharmacopoeia Committee of Chinese Pharmacopoeia (CTP), and the common pattern of the fingerprint of Fructus Xanthii was established. Results: A total of 16 fingerprint peaks were identified, and a common fingerprint pattern of Fructus Xanthii was established. The contents of four main components in Xanthium sibiricum from different habitats were determined. Conclusion: The method is stable and reproducible, and the established fingerprint can be used for quality evaluation and quality control of Fructus Xanthii.

Key Words Fructus Xanthii herb; Fingerprint; HPLC; Main ingredients; Quality control; Content determination; Origin 中图分类号:R932 文献标识码:A doi:10.3969/j.issn.1673-7202.2019.02.002

中药苍耳子为菊科植物苍耳(Xanthium sibiricum Patrin ex Widder)的干燥成熟果实,临床上主要用于治疗风寒头痛、鼻渊流涕、风疹瘙痒等症。苍耳子最早记载于《神农本草经》,历代本草文献中多记载其有"有小毒"。2015版《中华人民共和国药典》将苍耳子归为"有毒"药材^[1]。苍耳子所含化学成分比较复杂,主要含有酚酸类、倍半萜内酯类、水溶性苷类以及油脂类等化学成分^[2],主要药理作用有降血糖、抗肿瘤、抗菌、抗炎、抗病毒等^[3]。

目前,对苍耳子药材的质量评价主要集中在酚

酸类成分以及水溶性苷类成分的含量测定研究^[45]。酚酸类成分主要有绿原酸、异绿原酸 A、异绿原酸 C 等^[6];水溶性苷类主要有苍术苷和羟基苍术苷,分析方法多为高效液相色谱法或高效毛细管电泳^[7]。此外,有研究采用气相色谱-质谱联用方法分析苍耳子中挥发性成分及油脂类成分^[8]。

中药材质量与产地息息相关,不同产地的苍耳子药材是否存在质量差异尚缺乏深入研究。本实验收集了10批来自不同产区的苍耳子药材样品,采用高效液相色谱法开展指纹图谱研究,并对苍耳子中

基金项目: 江苏省六大人才高峰项目(SWYY-108); 南京市科技计划项目(201812021); 淮海工学院人才引进科研基金项目(KQ17016); 国家自然科学基金项目(81573603)

作者简介:何钦(1985.06—),男,本科,主管药师,研究方向:中药质量控制研究,E-mail:heqin850619@ sina. com

通信作者:秦昆明(1985.12—),男,博士研究生,副研究员,研究方向:中药炮制机制及质量标准研究,Tel:(025)68193567,E-mail:qinkm123 @ 126. com

4 个主要成分进行含量测定,为科学评价苍耳子药材的质量提供了参考和依据。

1 仪器与试药

- 1.1 仪器 日本岛津公司 Shimadzu LC-20AB 高液相色谱仪,包括在线脱气机,自动进样器,二极管阵列检测器和柱温箱;色谱柱为 YMC-Pack ODS(250×4.6 mm,5 μm); KQ3200DB 型数控超声仪(昆山市超声仪器有限公司); BS2242S 型电子天平(北京赛多利斯仪器有限公司); RE-52 旋转蒸发仪(瑞士BUCHI公司)。
- 1.2 试剂 甲醇(分析纯,南京化学试剂有限公司);乙腈(色谱纯,美国天地公司);水(去离子水,实验室自制)。绿原酸对照品购自中国药品生物制品检定所,批号:0753-200111;隐绿原酸(批号150728,纯度:98%)、异绿原酸 A(批号151028,纯度:98%)、异绿原酸 C(批号150624,纯度:98%)均购自南京世洲生物科技有限公司,质量分数采用面积归一化法测定均≥98%。
- 1.3 分析样品 本品由南京海源中药饮片有限公司从河北安国中药材市场采购,经丁斐执业药师鉴定为菊科植物苍耳(Xanthium sibiricum Patrin ex Widder)的成熟带总苞的果实,共10批,产地和批号见表1。

| 序号 | 产地 | 批号 |
|----|-----|--------|
| 1 | 河南 | 170729 |
| 2 | 河北 | 170904 |
| 3 | 山东 | 171112 |
| 4 | 江苏 | 170920 |
| 5 | 浙江 | 171016 |
| 6 | 安徽 | 171107 |
| 7 | 四川 | 180812 |
| 8 | 广东 | 180708 |
| 9 | 黑龙江 | 180618 |
| 10 | 辽宁 | 180221 |
| | | |

表 1 苍耳子不同样品产地及批号

2 方法与结果

- 2.1 色谱条件 流动相:乙腈(B)-0.4%磷酸水溶液(A);柱温:35 ℃;检测波长:320 nm;流速:1 mL/min;进样体积:10 μ L;梯度洗脱程序:0~35 min,10%B \rightarrow 17%B;35~40 min,17%B \rightarrow 20%B;40~55 min,20%B \rightarrow 30%B;55~70 min,30%B \rightarrow 60%B;70~75 min,60%B \rightarrow 10%B \rightarrow
- 2.2 对照品溶液的制备 取绿原酸、隐绿原酸、异绿原酸 A、异绿原酸 C 对照品各 10 mg,精密称定,分别置 5 mL 容量瓶中,用 20% 乙醇溶解并稀释至刻

- 度,摇匀,制得对照品储备液。取上述对照品储备液适量,置于同一10 mL 棕色容量瓶中,加20%乙醇稀释至刻度,得混合对照品溶液。
- 2.3 样品溶液的制备 取上述不同产地的苍耳子 药材,粉碎后过 60 目筛。取苍耳子药材粉末 1 g,精 密称定,分别置于具塞锥形瓶中,加甲醇 30 mL,称 重。超声处理 60 min,放冷后称重,用甲醇补足减失 重量,滤纸过滤,滤液减压浓缩,浓缩液加甲醇定容 至 10 mL,用 0.45 μm 有机滤膜滤过,即得样品溶液。
- 2.4 不同产地苍耳子指纹图谱建立
- 2.4.1 精密度试验 取同一样品溶液,照上述色谱条件,连续进样6次,记录色谱图中各主要色谱峰的保留时间和峰面积,各主要色谱峰的相对保留时间及相对峰面积值的 RSD 值分别在0.00%~0.15%和0.13%~2.19%之间,表明仪器的精密度良好。
- 2.4.2 重复性试验 取1号苍耳子样品,按2.3项下方法平行制备6份供试品溶液,照上述色谱条件,分别进样分析,记录色谱图中各主要色谱峰的保留时间和峰面积。各主要色谱峰的相对保留时间及相对峰面积值的 RSD 值分别在0.00%~1.08%和1.22%~2.37%之间,表明该分析方法重复性良好。2.4.3 稳定性试验 取同一供试品溶液,照上述色谱条件,分别在0,2,4,6,8,24 h进样分析,记录色谱图中各主要色谱峰的保留时间和峰面积。各主要色谱峰的相对保留时间及相对峰面积值的 RSD 值分别在0.00%~1.30%和1.26%~3.09%之间,表明供试品溶液在24 h 内稳定性良好。
- 2.4.4 指纹图谱建立及共有峰标定 按上述方法 测定 10 批苍耳子药材的指纹图谱,采用中华人民共和国药典委员会颁布的《中药色谱指纹图谱相似度评价系统 A 版》软件,自动匹配 10 批次苍耳子的HPLC 色谱图色谱峰保留时间和峰面积等参数,以平均数法作为对照指纹图谱的生成方法,建立苍耳子药材的指纹图谱共有模式,生成对照指纹图谱。10 批苍耳子药材的指纹图谱叠加图。见图 1。指纹图谱共有模式。见图 2。

通过分析,确定了苍耳子药材指纹图谱中16个共有峰,其中13号峰的峰面积较大,且分离度和峰形都较好,因此我们选择13号峰作为参照物峰,标号为S,其他特征峰依次标号为1,2,……,S,……,16。根据指纹图谱相似度评价结果,得出样品的相似度,10批苍耳子药材样品的相似度计算数据。见表2。来自河南,河北、山东、江苏等中东部地区的6

批苍耳子指纹图谱相似度均在 0.8 以上,来自四川、广东、黑龙江和辽宁的苍耳子指纹图谱相似度与中东部产区相比较低,但这 4 个产地间样品指纹图谱相似度均达到 0.8 以上,相似度较高。由此可见,不同产地苍耳子药材内在质量存在一定差异;地理位置靠近的中东部省区产苍耳子质量相近;东北和南方产的苍耳子内在质量相似度较高,其内在成分累积规律还有待进一步深入研究。

2.4.5 共有峰的相对保留时间及相对峰面积 通

过与对照品保留时间和紫外光谱检测的结果进行比较,图 2 中峰 7 为绿原酸,峰 8 为隐绿原酸,峰 13 为异绿原酸 A,峰 15 为异绿原酸 C。异绿原酸 A含量较高,且位于色谱图中间位置,因此选为参照物峰。将共有指纹峰的保留时间和峰面积与 13 号峰的保留时间和峰面积比较,对苍耳子药材共有模式中已标定的 16 个共有峰进行比值计算。10 批苍耳子药材样品的指纹图谱共有峰相对保留时间及相对峰面积值数据。见表 3、表 4。

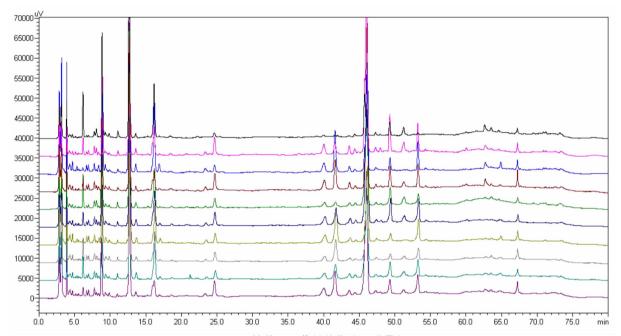


图 1 10 批苍耳子药材的指纹图谱叠加图

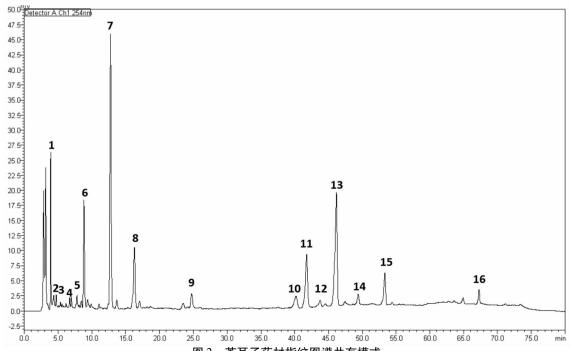


图 2 苍耳子药材指纹图谱共有模式

注:7. 绿原酸,8. 隐绿原酸,13. 异绿原酸 A、15. 异绿原酸 C

| 衣 2 一分耳下约例时指纹图信相似层件形 | 表 2 | 苍耳子药材的指纹图谱相 | 似度评化 |
|----------------------|-----|-------------|------|
|----------------------|-----|-------------|------|

| 样品名称 | S1 | S2 | S3 | S4 | S5 | S6 | S7 | S8 | S9 | S10 |
|--------|-------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| S1 | 1 | 0. 856 | 0. 896 | 0.830 | 0. 823 | 0. 877 | 0. 622 | 0. 626 | 0. 642 | 0. 637 |
| S2 | 0.856 | 1 | 0.909 | 0. 953 | 0.950 | 0.955 | 0.828 | 0.888 | 0.872 | 0.906 |
| S3 | 0.896 | 0.909 | 1 | 0.881 | 0.900 | 0.914 | 0.870 | 0.845 | 0.862 | 0.849 |
| S4 | 0.830 | 0.953 | 0.881 | 1 | 0.991 | 0.933 | 0.820 | 0.870 | 0.894 | 0.889 |
| S5 | 0.823 | 0.950 | 0.900 | 0.991 | 1 | 0.943 | 0.836 | 0.882 | 0.906 | 0.897 |
| S6 | 0.877 | 0.955 | 0.914 | 0. 933 | 0. 943 | 1 | 0. 940 | 0. 967 | 0.966 | 0. 971 |
| S7 | 0.622 | 0.828 | 0.870 | 0.820 | 0.836 | 0.940 | 1 | 0.966 | 0.965 | 0. 957 |
| S8 | 0.626 | 0.888 | 0.845 | 0.870 | 0.882 | 0.967 | 0.966 | 1 | 0.967 | 0. 988 |
| S9 | 0.642 | 0.872 | 0.862 | 0.894 | 0.906 | 0.966 | 0.965 | 0. 967 | 1 | 0. 971 |
| S10 | 0.637 | 0.906 | 0.849 | 0.889 | 0.897 | 0.971 | 0.957 | 0.988 | 0.971 | 1 |
| 对照指纹图谱 | 0.811 | 0. 959 | 0. 938 | 0.950 | 0. 959 | 0. 994 | 0. 945 | 0.963 | 0. 967 | 0. 969 |

表 3 10 批苍耳子药材指纹图谱共有峰相对保留时间测定结果

| 峰序号 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | RSD(%) |
|-------|-------|-------|------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|--------|
| 1 | 0.06 | 0.06 | 0.06 | 0.06 | 0.06 | 0.06 | 0.06 | 0.06 | 0.06 | 0.06 | 0.00 |
| 2 | 0.07 | 0.07 | 0.07 | 0.07 | 0.07 | 0.07 | 0.07 | 0.07 | 0.07 | 0.07 | 0.00 |
| 3 | 0.08 | 0.08 | 0.08 | 0.08 | 0.08 | 0.08 | 0.08 | 0.08 | 0.08 | 0.08 | 0.00 |
| 4 | 0. 13 | 0. 13 | 0.13 | 0. 13 | 0. 13 | 0. 13 | 0. 13 | 0. 13 | 0. 13 | 0.13 | 0.00 |
| 5 | 0. 17 | 0. 17 | 0.17 | 0.18 | 0. 17 | 0. 17 | 0.18 | 0. 17 | 0.17 | 0. 17 | 2. 45 |
| 6 | 0. 19 | 0. 19 | 0.19 | 0. 19 | 0. 19 | 0. 19 | 0. 19 | 0. 19 | 0. 19 | 0. 19 | 0.00 |
| 7 | 0. 27 | 0. 28 | 0.27 | 0. 28 | 0. 28 | 0. 27 | 0. 27 | 0. 27 | 0. 27 | 0. 27 | 1.77 |
| 8 | 0.35 | 0.35 | 0.35 | 0.35 | 0.35 | 0.35 | 0.35 | 0.35 | 0.35 | 0.35 | 0.00 |
| 9 | 0.53 | 0.54 | 0.54 | 0.53 | 0.54 | 0.53 | 0.53 | 0.54 | 0.54 | 0. 54 | 0.96 |
| 10 | 0.87 | 0.87 | 0.87 | 0.87 | 0.87 | 0.87 | 0.87 | 0.87 | 0.87 | 0.87 | 0.00 |
| 11 | 0.90 | 0.90 | 0.90 | 0.90 | 0.90 | 0.90 | 0.90 | 0.90 | 0.90 | 0.90 | 0.00 |
| 12 | 0.95 | 0.95 | 0.95 | 0.95 | 0.95 | 0.95 | 0.95 | 0.95 | 0.95 | 0.95 | 0.00 |
| 13(S) | 1.00 | 1.00 | 1.00 | 1.00 | 1.00 | 1.00 | 1.00 | 1.00 | 1.00 | 1.00 | 0.00 |
| 14 | 1.07 | 1.07 | 1.07 | 1.07 | 1.07 | 1.07 | 1.07 | 1.07 | 1.07 | 1.07 | 0.00 |
| 15 | 1. 16 | 1.16 | 1.16 | 1.16 | 1. 17 | 1.16 | 1.16 | 1. 17 | 1.16 | 1. 16 | 0.36 |
| 16 | 1.46 | 1.46 | 1.46 | 1.46 | 1.46 | 1.46 | 1.46 | 1.46 | 1.46 | 1.46 | 0.00 |

表 4 10 批苍耳子药材指纹图谱共有峰相对峰面积测定结果

| 峰序号 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | RSD(%) |
|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|--------|
| 1 | 0. 09 | 0.08 | 0.41 | 0. 12 | 0. 37 | 0. 21 | 0. 19 | 0. 23 | 0. 32 | 0. 18 | 52. 00 |
| 2 | 0.08 | 0.06 | 0.46 | 0. 27 | 0.36 | 0.30 | 0. 13 | 0.09 | 0.11 | 0.08 | 73. 15 |
| 3 | 0.05 | 0.05 | 0. 27 | 0.10 | 0.13 | 0. 22 | 0.09 | 0.05 | 0. 21 | 0. 15 | 59. 84 |
| 4 | 0.10 | 0.04 | 0.06 | 0.10 | 0.07 | 0.09 | 0. 12 | 0.16 | 0.16 | 0.11 | 38. 90 |
| 5 | 0.02 | 0.04 | 0.06 | 0.07 | 0.04 | 0.03 | 0.03 | 0.04 | 0.05 | 0.02 | 40. 82 |
| 6 | 0. 28 | 0. 23 | 0.41 | 0.32 | 0. 27 | 0.31 | 0. 24 | 0. 29 | 0.39 | 0. 26 | 19. 94 |
| 7 | 0.58 | 0.58 | 1.69 | 0.58 | 0.68 | 0.61 | 0.88 | 0.71 | 1.02 | 1.10 | 41. 89 |
| 8 | 0.19 | 0.10 | 0.53 | 0.44 | 0.17 | 0.46 | 0.39 | 0. 27 | 0.33 | 0. 22 | 45. 92 |
| 9 | 0.03 | 0.08 | 0.09 | 0.13 | 0.06 | 0.10 | 0.09 | 0.11 | 0.16 | 0.08 | 38. 62 |
| 10 | 0.17 | 0.06 | 0.13 | 0.11 | 0.16 | 0.10 | 0.07 | 0.09 | 0.09 | 0.18 | 36. 39 |
| 11 | 0.07 | 0.06 | 0.38 | 0. 27 | 0.18 | 0.32 | 0.09 | 0.16 | 0. 15 | 0. 27 | 56. 55 |
| 12 | 0.04 | 0.03 | 0.04 | 0.06 | 0.04 | 0.03 | 0.04 | 0.09 | 0.04 | 0.04 | 39. 54 |
| 13(S) | 1.00 | 1.00 | 1.00 | 1.00 | 1.00 | 1.00 | 1.00 | 1.00 | 1.00 | 1.00 | 0.00 |
| 14 | 0.05 | 0. 14 | 0.11 | 0.09 | 0.11 | 0.11 | 0. 12 | 0. 19 | 0.11 | 0.12 | 30. 74 |
| 15 | 0. 14 | 0. 12 | 0. 22 | 0.17 | 0. 22 | 0. 21 | 0.18 | 0.10 | 0.19 | 0. 13 | 25. 84 |
| 16 | 0. 03 | 0.05 | 0.06 | 0.08 | 0.06 | 0.09 | 0.05 | 0.04 | 0.11 | 0.09 | 38. 60 |

2.5 不同产地苍耳子中 4 个主要成分含量测定

2.5.1 线性关系考察 精密量取适量的混合对照

品溶液于容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀,配成系列标准溶液,在2.1项色谱条件下分别进样20

μL测定,以对照品溶液的质量浓度(X)为横坐标,峰面积(Y)为纵坐标,绘制标准曲线,计算 4 个成分的线性回归方程为:绿原酸 Y=9 950 320.42X+4 769.84 (r=0.999 6)、隐 绿 原 酸 Y=68 921 037.01X+51 960.39(r=0.999 8)、异绿原酸 AY=8 210 383.75X+1 952.74(r=0.999 9)、异绿原酸 AY=8 210 383.75X+1 952.74(Y=0.999 9)、异绿原酸 Y=1 629 357.81Y=1 819.16 (Y=10.999 8),结果表明上述 4 个成分在浓度为0.012 5 ~0.250 mg/mL 之间呈良好的线性关系。

- 2.5.2 精密度试验 取 1 号苍耳子样品供试品溶液 20 μ L,在 2.1 项色谱条件下连续进样 6 次,4 个成分含量的 *RSD* 均小于 0.25%,结果表明仪器精密度良好。
- 2.5.3 稳定性试验 取 1 号苍耳子样品供试品溶液,分别在配制后的 0,4,8,12,16,24 h 进样测定,测得 4 个成分含量的 *RSD* 均小于 0.20%,说明供试样品在 24 h 内稳定。
- 2.5.4 重复性试验 取1号苍耳子样品,按2.3项下供试品溶液的制备方法操作,平行制备6份供试品溶液,在2.1项色谱条件下分别进样分析,测得4个成分含量的 RSD 均小于3.50%,结果表明该方法的重复性良好。
- 2.5.5 回收率试验 精密称取已知含量的 1 号苍耳子样品粉末 6 份,每份 0.5 g,分别精密加入相当于药材中 4 个成分含量的对照品溶液,混匀,按 2.2 项下供试品溶液的制备方法制备供试品溶液,分别按 2.1 项下色谱条件进行测定。结果显示:4 个成分的平均回收率为 97.87%, RSD 为 2.71%。
- 2.5.6 样品测定结果 分别精密称取不同产地苍 耳子样品适量,按2.3项下供试液品制备方法分别 制备成供试品溶液,依照2.1项下色谱条件分析各 样品。各供试品溶液分别进样测定3次,以峰面积 按标准曲线法计算各样品中4个主要成分的含量, 并计算平均值。不同产地苍耳子中4个成分的含量 差异较大,原因可能为4个酚酸类成分含量受苍耳 子的品种、产地和采收期影响较大。在苍耳子质量 控制中应该对绿原酸隐绿原酸、异绿原酸 A 和异 绿原酸 C 等酚酸类成分进行质量控制,以全面评 价苍耳子药材质量。由于现有数据显示,不同产地 苍耳子内在质量差异较大,因此为了建立更加科学 合理的质量标准,还需要通过大样本的数据比较分 析。由此可见,在整体特征图谱相似性良好的情况 下, 饮片所含有效成分的含量仍然可能存在较大差 异。因此有必要在特征图谱评价基础上增加指标性

成分的含量测定,从而全面评价中药饮片的质量。 见表5。

表 5 不同产地苍耳子 4 个主要成分含量测定结果

| 序号 产地 | | 批号 | 含量平均值(mg/g) | | | | | | | |
|-------|--------|------------------|-------------|--------|--------|--------|--|--|--|--|
| 力で | 7) IU | 11L 5 | 绿原酸 | 隐绿原酸 | 异绿原酸 A | 异绿原酸 C | | | | |
| 1 | 河南 | 170729 | 1. 114 | 0. 130 | 0. 296 | 0. 156 | | | | |
| 2 | 河北 | 170904 | 0. 973 | 0. 125 | 0.370 | 0. 194 | | | | |
| 3 | 山东 | 171112 | 1.029 | 0. 131 | 0. 395 | 0. 183 | | | | |
| 4 | 江苏 | 170920 | 1. 336 | 0. 107 | 0.431 | 0. 150 | | | | |
| 5 | 浙江 | 171016 | 1. 291 | 0. 125 | 0. 329 | 0. 173 | | | | |
| 6 | 安徽 | 171107 | 1. 372 | 0.119 | 0. 254 | 0. 162 | | | | |
| 7 | 四川 | 180812 | 1. 103 | 0.938 | 0. 301 | 0. 142 | | | | |
| 8 | 广东 | 180708 | 0.632 | 0.063 | 0. 192 | 0. 103 | | | | |
| 9 | 黑龙江 | 180618 | 0.781 | 0.091 | 0. 281 | 0.079 | | | | |
| 10 | 辽宁 | 180221 | 0. 579 | 0.089 | 0. 128 | 0.094 | | | | |

3 讨论

苍耳子药材中含有多类不同的化学成分,如酚酸类、倍半萜内酯类和水溶性苷类等^[9],为了尽可能多的提取主要代表性成分,本研究选用甲醇和乙醇2种不同溶剂进行比较研究,并且考察了超声提取法和加热回流提取法对苍耳子药材提取效率的影响,结果显示:苍耳子药材用甲醇超声提取效果最佳。通过上述研究,最终建立了苍耳子药材的提取方法,可以尽可能多的提取主要成分,用于进行指纹图谱研究,确保建立的指纹图谱共有模式更有代表性。

在指纹图谱分析方法的建立过程中,先后选用甲醇-水、乙腈-水、甲醇-0.2%甲酸水、乙腈-0.2%甲酸水、乙腈-0.4%磷酸水等作流动相,结果显示:采用乙腈-0.4%磷酸水作为流动相,进行梯度洗脱时,色谱图基线较为稳定,峰形较好,分离度符合要求。通过DAD全波长扫描,结果显示320 nm 处色谱峰出峰最多,且分离度良好,故最终选择检测波长为320 nm。

研究结果表明,特征图谱技术可以有效进行中药饮片的鉴别,但是在整体图谱相似性良好的情况下,药材所含有效成分的含量仍然可能存在较大差异,如不同产地苍耳子中的4个主要成分含量各不相同。因此有必要在特征图谱评价基础上尽增加有效成分的含量测定,从而全面评价中药饮片的质量,建立更加全面、科学、合理的中药饮片质量评价体系。

参考文献

[1]国家药典委员会. 中华人民共和国药典[S]. 北京:中国医药科技出版社,2015:162.

(下接第273页)

药科技出版社,2015:105.

- [2] 贺妮,侯宇,柏慧,等. 白芍提取物抗抑郁及抗炎作用的研究[J]. 世界中西医结合杂志,2018,13(3);348-352.
- [3]段文娟,李月,杨国红,等. 白芍对斑马鱼促血管生成和抗血栓作用的研究[J]. 时珍国医国药,2018,29(4):834-837.
- [4]左志燕, 詹淑玉, 黄嬛, 等. 白芍总苷保肝作用的药动学和药效学研究进展[J]. 中国中药杂志, 2017, 41(20):22-27.
- [5]蔡宝昌. 中药炮制学[M]. 北京:中国中医药出版社,2012:167.
- [6] 谭淑瑜, 肖雪, 朴胜华, 等. 白芍水溶性成分快速鉴定研究[J]. 中药材, 2017, 40(1): 94-100.
- [7] Cao W J, Zhang W, Liu J J. Paeoniflorin improves survival in LPS-challenged mice through the suppression of TNF-alpha and IL-1 beta release and augmentation of IL-10 production [J]. International Immunopharmacology, 2010, 11(2):172-178.
- [8] Wang Q S, Gao T, Cui Y L, et al. Comparative studies of paeoniflorin and albiflorin from Paeonia lactiflora on anti-inflammatory activities [J]. Pharmaceutical Biology, 2014, 52(9):1189-1195.
- [9] Yen, Pham Hai, et al. A new monoterpene glycoside from the roots of-Paeonia lacti-flora increases the differentiation of osteoblastic MC3T3-E1 cell[J]. Archives of Pharmacal Research, 2007, 30 (10):1179-1185.
- [10]陶益. 地黄炮制前后化学成分的 UHPLC-Q-TOF/MS 比较研究 [J]. 中药新药与临床药理,2016,27(1):102-106.

- [11] 陈坚平, 钟艳梅, 余楚钦, 等. UHPLC-Q-TOF-MS 法分析蒿甲虚 热清颗粒的化学成分[J]. 中药材, 2017, 40(6):1368-1372.
- [12] 王志成,季雪,崔韶婧,等. 基于超高效液相色谱-四级杆飞行时间质谱技术的通脉颗粒质量评价研究[J]. 药物评价研究, 2016.39(4):603-607.
- [13] 童黄锦,白发平,汪小莉,等. 不同产地白芍药材的指纹图谱研究[J]. 中医学报,2014,29(9):1326-1329.
- [14] 翁金月,曹岗,吴鑫,等. 基于多指标成分的白芍麸炒前后特征 指纹图谱比较研究[J]. 中华中医药学刊,2015,33(5):1056-1057.
- [15]梁德勤,赵园园,罗云,等.不同加工方式亳白芍的高效液相指纹图谱及多成分含量比较[J].安徽中医药大学学报,2018,37(2):85-89.
- [16]周海玲,许舜军,周若龙,等. 白芍、赤芍化学成分的高效液相色谱-飞行时间串联质谱分析[J]. 中药材,2018,41(7):1638-1641.
- [17] 练杭芸,徐王彦君,梁乾德,等. UPLC-QTOF MS 法比较赤芍、白芍煎液化学成分差异[J]. 质谱学报,2014,35(3):269-278.
- [18] Minxia Z, Zhe C, Pei L, et al. Analysis and identification of glycosides in Paeonia lactiflora by UPLC-MS/MS[J]. China Journal of Chinese Materia Medica, 2011, 36(12):1641-1643.

(2019-01-10 收稿 责任编辑:王杨)

(上接第267页)

- [2]赵杰. 苍耳子的药理作用与临床应[J]. 中国现代药物应用, 2010,4(6):96-97.
- [3]韩婷,李慧梁,胡园,等. 苍耳子中酚酸类化合物及不同品种和居群苍子中总酚酸含量的测定[J]. 中国中西医结合学报,2006,4(2):194-198.
- [4] 杨柳, 苏芝军, 许舜军, 等. UPLC 法同时测定苍耳子中 4 种酚酸 类成分的含量[J]. 药学学报, 2010, 45(12):1537-1540.
- [5] 朵睿, 刘玉红, 王明奎, 等. HPLC 同时测定苍耳子中 6 个化学成分的含量[J]. 药物分析杂志, 2013, 33(1): 78-82.

- [6] 水素芳, 杨建云, 肖炳坤, 等. 基于 HPLC 的葡萄籽提取物指纹图 谱的建立[J]. 科学技术与工程, 2016, 16(10): 94-97.
- [7]刘娟秀,罗益远,刘训红,等. 毛细管电泳同时测定苍耳类药材中7种酚酸类成分的含量[J]. 中国药学杂志,2015,50(4):366-370.
- [8] 阮贵华, 陈皓, 肖小华, 等. 微波辅助提取 GC-MS 联用分析苍耳子中油脂成分的研究[J]. 分析试验室, 2007, 26(3):21-25.
- [9]刘玉红,郝震峰. 苍耳子化学成分及药理作用研究进展[J]. 南京中医药大学学报,2017,33(4):22-23.

(2019-01-10 收稿 责任编辑:王杨)