

基于多元统计分析的不同产地莪术饮片质量评价

顾丽亚¹, 胡玮¹, 陆兔林^{1,2*}, 郝敏¹, 毛春芹^{1*}, 季德^{1,2}

(1. 南京中医药大学药学院, 江苏南京 210023; 2. 江苏省中药炮制重点实验室, 江苏南京 210023)

摘要: 目的 基于多元统计分析对不同产地莪术饮片进行质量评价。方法 莪术饮片 70%乙醇提取物的分析采用 Agilent pro shell C₁₈ 色谱柱 (150 mm×4.6 mm, 5 μm); 流动相 0.5%甲酸乙腈-0.5%甲酸水, 梯度洗脱; 体积流量 1 mL/min; 柱温 30 °C; 检测波长 216、415 nm; 进样量 10 μL。结果 8 种成分在各自范围内线性关系良好 ($r \geq 0.999 6$), 平均加样回收率 96.87%~99.75%, RSD 0.22%~1.15%。聚类分析、主成分分析和正交偏最小二乘法筛选出 3 个不同产地莪术饮片的差异性成分。结论 该方法灵敏准确稳定, 重复性好, 可用于不同主产地莪术饮片的质量控制。

关键词: 莪术; 化学成分; 产地; 多元统计分析; 质量评价

中图分类号: R284.1

文献标志码: A

文章编号: 1001-1528(2019)03-0590-06

doi:10.3969/j.issn.1001-1528.2019.03.022

Quality evaluation of decoction pieces of *Rhizoma Curcumae* from different growing areas based on multiple statistical analysis

GU Li-ya¹, HU Wei¹, LU Tu-lin^{1,2*}, HAO Min¹, MAO Chun-qin^{1*}, JI De^{1,2}

(1. College of Pharmacy, Nanjing University of Chinese Medicine, Nanjing 210023, China; 2. Key Research Laboratory of Chinese Medicine Processing of Jiangsu Province, Nanjing University of Chinese Medicine, Nanjing 210023, China)

KEY WORDS: *Rhizoma Curcumae*; chemical constituents; growing areas; multiple statistical analysis; quality evaluation

莪术来源于姜科植物蓬莪术 *Curcuma phaeocaulis* Valetton、广西莪术 *Curcuma kwangsiensis* S. G. Lee et C. F. Liang 或温郁金 *Curcuma wenyujin* Y. H. Chen et C. Ling 的干燥根茎, 具有行气破血、消积止痛的功效^[1]。现代研究表明莪术具有广泛的药理活性, 包括抗炎、抗肿瘤、抗癫痫和抗菌等^[2-9], 倍半萜和姜黄素类成分是其发挥药理作用的主要物质基础。文献表明不同产地土壤、光照、水分、温度等环境因素有差异, 造成中药次生代谢产物积累不同, 影响药材品质, 进而导致中药饮片质量不一^[10-11]。莪术主产于广西、四川、浙江等地^[12], 作为临床常用的中药饮片, 其品质好坏关

系到用药的安全性和有效性。在质控方面, 2015 版《中国药典》仅以挥发油得率为评价指标, 不能全面评价莪术饮片的质量。目前, 关于莪术饮片质量分析的文献较多, 但研究主要针对莪术饮片炮制前后化学成分变化情况, 不同产地各自收集的批次较少, 不具有统计学意义^[13-14]。

本实验采用 HPLC 法测定了 30 批不同产地莪术饮片中 5 个倍半萜类成分 (β -榄香烯、呋喃二烯、吉马酮、莪术醇、莪术二酮) 和 3 个姜黄素类成分 (双去甲氧基姜黄素、去甲氧基姜黄素、姜黄素) 的含有量, 结合聚类分析 (HCA)^[15]、主成分分析 (PCA)^[16-17] 和正交偏最小二乘法

收稿日期: 2018-07-01

基金项目: 国家自然科学基金项目 (81673598); 国家自然科学基金项目 (81473349); 国家中医药行业专项 (2015468002-2); 国家发改委中药饮片标准化建设 (ZYBZH-Y-SC-40); 2014 年科技部基础性工作专项 (2014FY111100)

作者简介: 顾丽亚 (1992—), 女, 硕士生, 研究方向为中药质量控制。Tel: 13770513645, E-mail: m13770513645_1@163.com

* 通信作者: 陆兔林 (1963—), 男, 教授, 博士生导师, 研究方向为中药炮制机理及中药质量标准。Tel: (025) 85811835, E-mail: lutuling2005@126.com

毛春芹 (1963—), 女, 正高级实验师, 硕士生导师, 研究方向为中药质量控制及新药研发。Tel: (025) 85811835, E-mail: mcq63@163.com

(O2PLS-DA)^[18]等多元统计分析方法,筛选出不同产地莪术饮片化学成分差异的标志性成分,系统、客观地评价质量差异,为其临床用药提供参考。

1 仪器与材料

1.1 仪器 Agilent 1260 型高效液相色谱仪(美国安捷伦公司); HL-350 A 型高速多功能粉碎机(上海塞耐机械有限公司); FA1104 型电子分析天平(上海精密科学仪器有限公司); Mettler AG285 电子分析天平(瑞士梅特勒-托利多集团); KQ-500E 型医用超声清洗器(昆山超声仪器有限公司)。

1.2 试剂与试药 β -榄香烯对照品(批号 170802)、呋喃二烯对照品(批号 170510)、莪术醇对照品(批号 170515)均购于南京森贝伽生物科技有限公司; 吉马酮对照品(批号 lw17040709)、莪术二酮对照品(批号 lw17101103)、姜黄素对照品(批号 lw17091410)、

去甲氧基姜黄素对照品(批号 lw16090803)、双去甲氧基姜黄素对照品(批号 lw16090905)均购于南京良纬生物科技有限公司。乙腈(色谱纯,德国 Merck 公司); 甲醇(色谱纯,山东禹王和天下新材料有限公司); 甲酸(色谱纯,美国 Anaqua chemicals supply 公司); 无水乙醇(分析纯,无锡市亚盛化工有限公司); Milli-Q 超纯水(南京汉隆实验器材有限公司)。

30 批莪术饮片中,20 批购于不同饮片生产企业,10 批由浙江省瑞安市通明温郁金专业合作社提供药材,自行炮制。经南京中医药大学药学院陆兔林教授鉴定,植物基原分别为蓬莪术 *Curcuma phaeocalis*、广西莪术 *Curcuma kwangsiensis* S. G. lae et C. F Liang 或温郁金 *Curcuma wenyujin* Y. H. Chen et C. Ling 的干燥根茎。分别取净莪术参照 2015 版《中国药典》制得浙江产地的莪术饮片。信息见表 1。

表 1 样品信息

Tab. 1 Information of samples

编号	产地	基原	来源	编号	产地	基原	来源
Z1	浙江	温莪术	自制	S6	四川	蓬莪术	浙江华宇药业股份有限公司
Z2	浙江	温莪术	自制	S7	四川	蓬莪术	浙江华宇药业股份有限公司
Z3	浙江	温莪术	自制	S8	四川	蓬莪术	江西济世堂药业有限公司
Z4	浙江	温莪术	自制	S9	四川	蓬莪术	江西济世堂药业有限公司
Z5	浙江	温莪术	自制	S10	四川	蓬莪术	江西济世堂药业有限公司
Z6	浙江	温莪术	自制	G1	广西	广西莪术	安徽亳州药材市场
Z7	浙江	温莪术	自制	G2	广西	广西莪术	安徽亳州药材市场
Z8	浙江	温莪术	自制	G3	广西	广西莪术	安徽亳州药材市场
Z9	浙江	温莪术	自制	G4	广西	广西莪术	安徽亳州药材市场
Z10	浙江	温莪术	自制	G5	广西	广西莪术	安徽亳州药材市场
S1	四川	蓬莪术	天津市中药饮片厂有限公司	G6	广西	广西莪术	玉林本草堂中药饮片有限公司
S2	四川	蓬莪术	四川卓宇制药有限公司	G7	广西	广西莪术	玉林本草堂中药饮片有限公司
S3	四川	蓬莪术	天津市中药饮片厂有限公司	G8	广西	广西莪术	玉林本草堂中药饮片有限公司
S4	四川	蓬莪术	新荷花中药饮片有限公司	G9	广西	广西莪术	亳州市沪谯药业有限公司
S5	四川	蓬莪术	天津市中药饮片厂有限公司	G10	广西	广西莪术	亳州市沪谯药业有限公司

2 方法与结果

2.1 色谱条件 Agilent pro shell C₁₈ 色谱柱(150 mm×4.6 mm, 5 μ m); 流动相 0.5% 甲酸乙腈(A) -0.5% 甲酸水(B), 梯度洗脱(0~10 min, 40%~50% A; 10~20 min, 50%~75% A; 20~25 min, 75%~95% A; 25~30 min, 95% A; 30~35 min, 95%~40% A; 35~40 min, 40% A); 柱温 30 $^{\circ}$ C; 体积流量 1 mL/min; 检测波长 216、415 nm; 进样量 10 μ L。色谱图见图 1。

2.2 溶液的制备

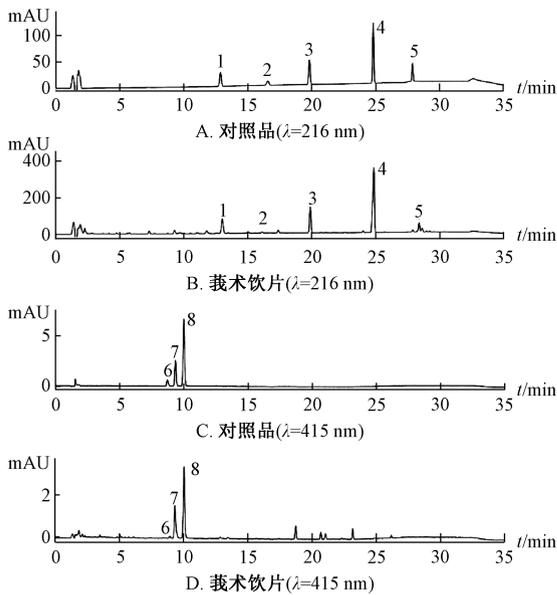
2.2.1 对照品溶液制备 精密称取 β -榄香烯、呋喃二烯、吉马酮、莪术醇、莪术二酮对照品适量,加甲醇定容,分别配制成质量浓度为 2.714、

0.508、0.254、0.496、0.601 mg/mL 的倍半萜类混合对照品贮备液; 精密称定双去甲氧基姜黄素、去甲氧基姜黄素、姜黄素对照品适量,加甲醇定容,分别配制成质量浓度为 0.011、0.051、0.071 mg/mL 的姜黄素类混合对照品贮备液。

2.2.2 供试品溶液制备 取莪术饮片适量,粉碎,过 3 号筛,精密称取 0.5 g 粉末,置于 50 mL 具塞锥形瓶中,加入 20 mL 的 70% 乙醇,称定质量,超声 30 min (功率 250 W, 频率 20 kHz), 补足减失质量,过 0.45 μ m 微孔滤膜。

2.3 方法学考察

2.3.1 线性关系考察 依次精密吸取 0.2、0.4、1.0、2.0、5.0 mL 的混合对照品贮备液于 10 mL



1. 莪术二酮 2. 莪术醇 3. 吉马酮 4. 呋喃二烯 5. β -榄香烯 6. 双去甲氧基姜黄素 7. 去甲氧基姜黄素 8. 姜黄素
1. curdione 2. curcumerol 3. germacraone 4. furanodiene 5. β -elemene 6. bisdemethoxycurcumin 7. demethoxycurcumin 8. curcumin

图1 各样品 HPLC 色谱图

Fig. 1 HPLC chromatograms of various samples

表2 各成分线性关系

Tab. 2 Linear relationships of various constituents

成分	回归方程	<i>r</i>	线性范围/(mg·mL ⁻¹)	定量限/ μ g
莪术醇	$Y=2\,562.259\,88X+5.316\,198\,5$	0.999 9	0.009 92 ~ 0.496	0.099
β -榄香烯	$Y=188.295\,86X+1.269\,800\,7$	0.999 7	0.054 28 ~ 2.714	0.35
呋喃二烯	$Y=3\,829.123\,71X-0.703\,463\,4$	0.999 8	0.010 16 ~ 0.508	0.020
吉马酮	$Y=15\,484.472\,4X-2.285\,749\,1$	0.999 6	0.005 08 ~ 0.254	0.025
莪术二酮	$Y=1\,677.420\,25X+8.842\,611\,6$	0.999 7	0.012 02 ~ 0.601	0.10
双去甲氧基姜黄素	$Y=9\,525.467\,21X-0.076\,978\,7$	0.999 9	0.000 216 4 ~ 0.010 82	0.002 2
去甲氧基姜黄素	$Y=555.427\,071X+0.036\,360\,7$	0.999 8	0.001 01 ~ 0.050 5	0.009 9
姜黄素	$Y=3\,745.739\,07X-0.040\,504\,4$	0.999 6	0.001 42 ~ 0.071	0.005 6

4、6、12、24 h 在“2.1”项色谱条件下进样，测得 β -榄香烯、呋喃二烯、吉马酮、莪术醇、莪术二酮、双去甲氧基姜黄素、去甲氧基姜黄素、姜黄素峰面积 RSD 值分别为 1.43%、0.51%、1.00%、0.90%、0.94%、0.47%、0.90%、0.39%，表明供试品溶液在 24 h 内稳定性良好。

2.3.5 加样回收率试验 精密称定 9 份已知质量浓度的供试品 (S3) 粉末各 0.25 g，每 3 份分别精密加入供试品中各成分含有量 50%、100%、150% 对照品溶液，按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液，在“2.1”项色谱条件下进样，计算加样回收率。结果表明， β -榄香烯、呋喃二烯、吉马酮、莪术醇、莪术二酮、双去甲氧基姜黄素、去甲氧基姜黄素、姜黄素的加样回收率分别为 99.75%、

量瓶内，加甲醇定容，制得系列对照品溶液。每个质量浓度分别进样 2 次，以峰面积平均值为纵坐标 (Y)，对照品质量浓度为横坐标 (X)，进行回归，结果见表 2。

2.3.2 精密度试验 精密吸取上述对照品溶液 10 μ L，连续进样 6 次，测得 β -榄香烯、呋喃二烯、吉马酮、莪术醇、莪术二酮、双去甲氧基姜黄素、去甲氧基姜黄素、姜黄素峰面积 RSD 值分别为 0.89%、0.22%、0.27%、0.88%、0.83%、0.92%、1.15%、0.64%，表明仪器精密度良好。

2.3.3 重复性试验 选择同一批莪术粉末 (S3)，平行 6 份，按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液，在“2.1”项色谱条件下进样，测得 β -榄香烯、呋喃二烯、吉马酮、莪术醇、莪术二酮、双去甲氧基姜黄素、去甲氧基姜黄素、姜黄素质量浓度 RSD 值分别为 1.46%、0.37%、0.72%、1.56%、1.39%、0.93%、1.88%、1.05%，表明该方法重复性良好。

2.3.4 稳定性试验 选择供试品 (S3)，按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液，分别于 0、2、

98.96%、99.36%、98.32%、97.82%、99.23%、96.87%、97.67%，RSD 分别为 1.23%、1.51%、0.90%、0.85%、0.47%、0.98%、1.90%、1.24%。

2.4 样品含有量测定 30 批莪术饮片按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液，每个样品平行 3 份，在“2.1”项色谱条件下进样，计算平均含有量，结果见表 3。

2.5 多元数据分析 使用 simca-p14.1 软件对 30 批样品进行 HCA 分析。以莪术饮片 8 种化学成分的含有量为变量，采用组间 Ward 联结法，将欧式距离平方和作为样本测度，结果见图 2。表明，3 个产地的莪术饮片明显聚为 3 类，四川与广西产地的莪术更为接近，总体来说，温莪术各成分含有量相对其他 2 个主产地较高。

表3 各成分含有量测定结果 (mg/g)

Tab. 3 Results of content determination of various constituents (mg/g)

编号	莪术二酮	莪术醇	吉马酮	呋喃二烯	β -榄香烯	双去甲氧基姜黄素	去甲氧基姜黄素	姜黄素
Z1	14.57	0.5098	5.5000	16.3600	5.691	-	0.01982	0.02485
Z2	15.37	0.5913	5.9920	16.8600	6.105	-	0.02139	0.02811
Z3	14.56	0.5550	5.0180	12.7900	4.573	-	0.01742	0.02255
Z4	12.25	0.4817	4.1860	9.5630	3.732	-	0.01633	0.02107
Z5	16.67	0.7184	5.8320	14.9000	4.960	-	0.02588	0.03204
Z6	13.27	0.5904	4.7220	12.6900	4.767	-	0.01717	0.02053
Z7	16.9	0.4909	5.7870	17.5200	7.926	-	0.02039	0.03508
Z8	17.45	0.5226	5.9180	14.7400	8.485	-	0.02520	0.04010
Z9	16.33	0.4636	5.8090	16.9400	7.928	-	0.01916	0.03158
Z10	15.32	0.4725	5.2220	15.7700	7.795	-	0.01608	0.02814
G1	-	-	0.2898	0.4721	2.039	-	-	-
G2	-	1.825	1.7750	1.8260	1.340	-	-	-
G3	-	-	0.3514	0.6006	2.042	-	-	-
G4	-	1.936	1.9650	2.0720	2.116	-	-	-
G5	-	-	0.5352	0.7439	2.491	-	-	-
G6	-	0.9517	1.7030	1.1630	-	-	-	-
G7	-	0.7220	1.6950	0.7687	-	-	-	-
G8	-	-	0.5737	0.9060	2.538	-	-	-
G9	0.275	1.8800	1.8380	1.7750	1.204	-	-	-
G10	-	0.8363	2.3340	1.3650	-	-	-	-
S1	-	1.5360	1.0100	0.7402	2.495	0.002049	0.0810	0.08070
S2	-	1.7620	1.1640	0.9776	3.207	0.001936	0.0807	0.08023
S3	0.7012	1.6510	1.1500	0.5890	1.877	0.002384	0.0854	0.05475
S4	0.7522	1.7580	1.1390	0.5131	1.728	0.002353	0.0837	0.05129
S5	-	1.9660	1.3230	1.0560	2.061	0.002501	0.09107	0.09685
S6	-	1.1520	0.9065	0.6671	1.767	0.001571	0.05573	0.06042
S7	-	1.6860	1.1280	0.7891	1.901	0.002595	0.09256	0.08741
S8	-	0.9982	1.0820	0.8442	2.388	0.001488	0.05015	0.05120
S9	-	1.6820	1.2580	0.9664	2.384	0.002077	0.08536	0.08368
S10	-	1.7370	1.1400	1.2010	3.562	0.001496	0.06147	0.06283

注：“-”表示未检出

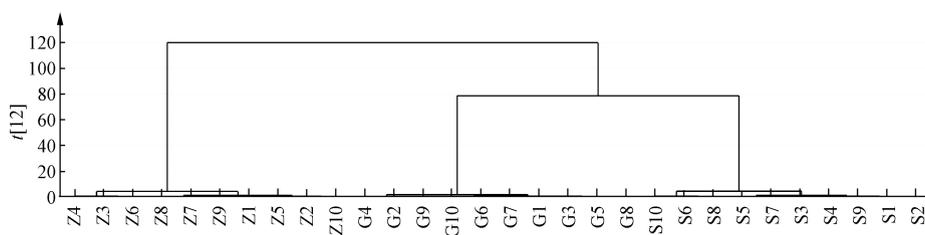


图2 30批样品聚类树状图

Fig. 2 Dendrogram of thirty batches of samples

为了进一步探讨3个产地莪术饮片之间的差异,使用非监督模式识别方法PCA对含有量测定数据进行分析,见图3。根据得分矩阵图,第一主成分的贡献率为59.5%,第二主成分的贡献率为31.8%,累计贡献率高达91.3%,表明模型拟合能力良好,能较全面的体现样品之间的差异。30批莪术饮片被分为3类,PCA分析与HCA分析结果相似。

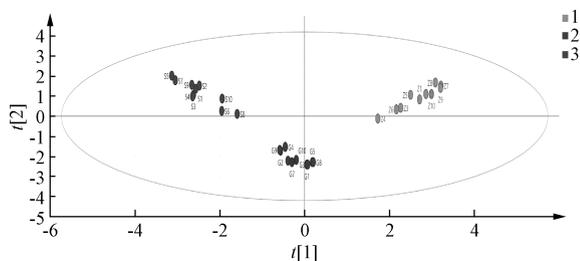


图3 30批样品主成分分析图

Fig. 3 PCA plot for thirty batches of samples

最后,采用监督模式识别方法O2PLS-DA对不

同产地莪术饮片进行分析, 见图4。该 O2PLS-DA 模型, $R_2X_{cum} = 0.992$, $R_2Y_{cum} = 0.935$, $Q_{2cum} = 0.92$ 。其中, R_2X_{cum} 反映 X 矩阵结实率, R_2Y_{cum} 概括模型的稳定性, Q_{2cum} 体现模型的预测性; R_2Y_{cum} 和 Q_{2cum} 的值越接近 1, 模型的稳定性和预测性越好。结果表明, 该模型稳定可靠, 30 批样品聚类较好, 分离显著, 与 PCA 分析、HCA 分析结果相互验证。结合变量重要性投影值 (VIP), 筛选出对莪术分类贡献较大的主要成分, 见图 5。一般认为, $VIP > 1$ 的变量对分类起着关键作用, 而且值越大对分类的贡献越大。由图可知, $VIP > 1.0$ 的有 5 个变量, 按 VIP 值大小依次为姜黄素、去甲氧基姜黄素、双去甲氧基姜黄素、莪术二酮、呋喃二烯。

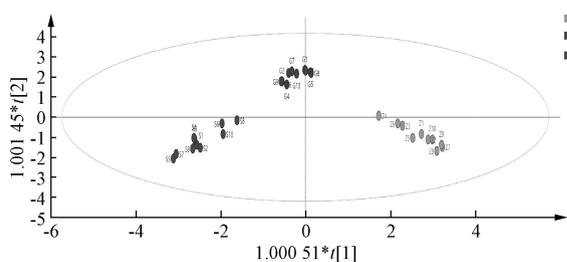


图 4 30 批样品 O2PLS-DA 得分图

Fig. 4 O2PLS-DA score plot of thirty batches of samples

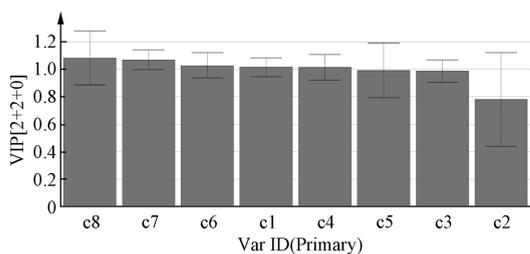


图 5 30 批样品 O2PLS-DA 模型中 8 个主成分的 VIP 值
Fig. 5 VIP values of eight chromatographic peaks in O2PLS-DA model of thirty batches of samples

3 讨论

在供试品溶液制备方面, 考察了不同的提取方式, 结果表明, 超声和索氏回流提取效率相近, 但前者更节约时间, 因此选择超声提取。结合参考文献, 分别考察了不同溶剂 (30%、50%、70%、90% 乙醇)、提取时间 (15、30、45、60 min)、液料比 (20、40、60、80), 确定最佳供试品溶液制备方法为 40 倍量 70% 乙醇超声提取 30 min。同时对色谱条件进行考察, 包括色谱柱 (Hanbon ODS-2 C₁₈ 色谱柱、Agilent pro shell C₁₈ 色谱柱)、流动相系统 (乙腈-水、乙腈-甲酸水、乙腈甲酸-甲酸

水)、梯度洗脱、体积流量、柱温、波长等, 综合考虑基线噪声、对称因子、分离度、洗脱时间等因素, 确定最佳色谱条件。

本实验采用 HPLC 测定了 30 样品中 8 种成分的含有量, 该方法操作简便、准确度高、重现性好。结合模式识别方法对莪术饮片含有量进行深入分析, 结果表明不同产地的莪术饮片可明显分为 3 类, 表明不同产地的莪术饮片质量差异较大, 其中姜黄素、去甲氧基姜黄素、双去甲氧基姜黄素、莪术二酮、呋喃二烯等几个成分对分类的贡献较大, 莪术醇、吉马酮、 β -榄香烯等几个成分差异小。目前, 2015 版《中国药典》规定莪术有 3 个基原, 但不同产地莪术饮片有效成分的种类和含有量均存在较大差异, 以期 2020 版《中国药典》分列制订不同产地莪术饮片含有量的标准。本实验收集的莪术饮片产地有限, 后续研究希望增加非道地产区的样本量, 为不同产地、不同基原莪术饮片的区分及质量评价提供更加全面的理论依据。

参考文献:

[1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典: 2015 年版一部 [S]. 北京: 中国医药科技出版社, 2015: 274-275.

[2] Li J, Mao C, Li L, *et al.* Pharmacokinetics and liver distribution study of unbound curdione and curcumin in rats by microdialysis coupled with rapid resolution liquid chromatography (RRLC) and tandem mass spectrometry [J]. *J Pharm Biomed Anal*, 2014, 95: 146-150.

[3] Ding J, Wang J J, Huang C, *et al.* Curcumin from *Rhizoma Curcumae* suppresses epileptic seizure by facilitation of GABA (A) receptors [J]. *Neuropharmacology*, 2014, 81: 244-255.

[4] Chen X, Zong C, Gao Y, *et al.* Curcumin exhibits anti-inflammatory properties by interfering with the JNK-mediated AP-1 pathway in lipopolysaccharide-activated RAW264.7 cells [J]. *Eur J Pharmacol*, 2014, 723: 339-345.

[5] Chen M, Lou Y, Wu Y, *et al.* Characterization of *in vivo* and *in vitro* metabolites of furanodiene in rats by high performance liquid chromatography-electrospray ionization mass spectrometry and nuclear magnetic resonance spectra [J]. *J Pharm Biomed Anal*, 2013, 86: 161-168.

[6] Zhong Z F, Qiang W A, Wang C M, *et al.* Furanodiene enhances the anti-cancer effects of doxorubicin on ER α -negative breast cancer cells *in vitro* [J]. *Eur J Pharmacol*, 2016, 774: 10-19.

[7] Fang Y Y, Kang Y H, Zou H, *et al.* β -elemene attenuates macrophage activation and proinflammatory factor production via crosstalk with Wnt/ β -catenin signaling pathway. [J]. *Fitoterapia*, 2018, 124: 92-102.

[8] Li Y B, Gao J L, Zhong Z F, *et al.* Bisdemethoxycurcumin suppresses MCF-7 cells proliferation by inducing ROS accumulation

- and modulating senescence-related pathways [J]. *Pharmacol Rep*, 2013, 65(3): 700-709.
- [9] Lee J W, Park S, Kim S Y, et al. Curcumin hampers the anti-tumor effect of vinblastine via the inhibition of microtubule dynamics and mitochondrial membrane potential in HeLa cervical cancer cells[J]. *Phytomedicine*, 2016, 23(7): 705-713.
- [10] Sun L L, Wang M, Zhang H J, et al. Comprehensive analysis of *Polygoni Multiflori Radix* of different geographical origins using ultra-high-performance liquid chromatography fingerprints and multivariate chemometric methods [J]. *J Food Drug Anal*, 2018, 26(1): 90-99.
- [11] Lv X, Li Y, Tang C, et al. Integration of HPLC-based fingerprint and quantitative analyses for differentiating botanical species and geographical growing origins of *Rhizoma coptidis*[J]. *Pharm Biol*, 2016, 54(12): 3264-3271.
- [12] Li W, Hong B, Li Z, et al. GC-MS method for determination and pharmacokinetic study of seven volatile constituents in rat plasma after oral administration of the essential oil of *Rhizoma Curcumae*[J]. *J Pharm Biomed Anal*, 2018, 149: 577-585.
- [13] 刘会珍, 陆兔林, 毛春芹, 等. 莪术不同炮制品中倍半萜及姜黄素类成分的比较[J]. 中成药, 2014, 36(4): 804-808.
- [14] 毛春芹, 陆兔林, 姜国非, 等. HPLC法测定不同主产地莪术饮片中莪术二酮、莪术醇、吉马酮和 β -榄香烯[J]. 中草药, 2013, 44(3): 305-308.
- [15] Yi T, Chen Q, He X, et al. Chemical quantification and antioxidant assay of four active components in *Ficus hirta* root using UPLC-PAD-MS fingerprinting combined with cluster analysis [J]. *Chem Cent J*, 2013, 7(1): 115-115.
- [16] Zhang X, Ning Z, Ji D, et al. Approach based on high-performance liquid chromatography fingerprint coupled with multivariate statistical analysis for the quality evaluation of *Gastrodia Rhizoma*[J]. *J Sep Sci*, 2015, 38(22): 3825-3831.
- [17] Yi T, Zhu L, Peng W L, et al. Comparison of ten major constituents in seven types of processed tea using HPLC-DAD-MS followed by principal component and hierarchical cluster analysis [J]. *LWT-Food Sci Technol*, 2015, 62(1): 194-201.
- [18] 郝敏, 陆兔林, 毛春芹, 等. 3种温郁金根茎炮制品的UPLC指纹图谱与多成分含量测定研究[J]. 中国中药杂志, 2018, 43(11): 2288-2294.

基于 HPLC-Q-TOF/MS 法的黄芩血清药物化学分析

李淑娇, 王宇卿*

(南阳医学高等专科学校科研中心, 河南 南阳 473061)

摘要: 目的 基于 HPLC-Q-TOF/MS 法对黄芩 *Scutellaria baicalensis* Georgi 进行血清药物化学研究。方法 采用血清药物化学的研究方法, 同时建立黄芩及口服黄芩后大鼠血清的 HPLC 指纹图谱, 分析比较黄芩水提物、含药血清、空白血清 HPLC 图谱的差异, 用 HPLC-Q-TOF/MS 技术初步鉴定口服黄芩后大鼠血中移行成分。结果 口服黄芩后从血清中发现了 13 个入血成分, 其中 10 个为原型成分, 3 个为代谢产物。结论 用血清药物化学的方法对黄芩的血清药源性成分进行分析, 以期阐明黄芩药效物质基础提供依据。

关键词: 黄芩; 血清药物化学; HPLC 指纹图谱; HPLC-Q-TOF/MS

中图分类号: R284.1

文献标志码: A

文章编号: 1001-1528(2019)03-0595-06

doi:10.3969/j.issn.1001-1528.2019.03.023

Analysis of serum pharmacology from *Scutellaria baicalensis* based on HPLC-Q-TOF/MS method

收稿日期: 2018-02-06

基金项目: 国家自然科学基金资助项目 (U1504828, 81603283); 河南省基础与前沿技术研究项目 (152300410181); 河南省高等学校重点科研项目 (15B360008); 河南省高校青年骨干教师培养计划 (2016GGJS-279); 河南省高校科技创新人才支持计划 (19HASTIT007)

作者简介: 李淑娇 (1989—), 女, 硕士, 研究实习员, 从事中药及其制剂物质基础研究。Tel: (0377) 63526562, E-mail: sjli16@126.com

* 通信作者: 王宇卿 (1981—), 男, 博士, 副教授, 从事中药效应物质及创新药物研究。Tel: (0377) 63526575, E-mail: wyq2013@163.com