

艾纳香及其伪品假东风草的HPLC指纹图谱研究^Δ

冯 华^{1,2*}, 杨 焯², 王祥培^{2#}, 吴红梅², 杨贤友²(1.遵义市食品药品检验所, 贵州 遵义 563002; 2.贵阳中医学院药学院, 贵阳 550002)

中图分类号 R927.2 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2017)09-1257-05

DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2017.09.29

摘要 目的:建立艾纳香及其伪品假东风草的高效液相色谱(HPLC)指纹图谱。方法:采用HPLC法。色谱柱为Ultimate-C₁₈,流动相为乙腈-0.05%磷酸溶液(梯度洗脱),流速为0.6 mL/min,检测波长为270 nm,柱温为25 ℃,进样量为7 μL。以槲皮素为参照物,对16批艾纳香药材和5批假东风草药材采用《中药色谱指纹图谱相似度评价系统》(2004 A版)进行共有峰指认和相似度分析。结果:16批艾纳香药材有61个共有峰,相似度为0.931~0.995,明显高于5批假东风草药材的相似度。结论:该研究所建指纹图谱可为艾纳香的鉴别和质量评价提供参考。

关键词 艾纳香;假东风草;高效液相色谱法;指纹图谱;鉴别

Study on the HPLC Fingerprint of *Blumea balsamifera* and Its Fake *B. riparia*

FENG Hua^{1,2}, YANG Ye², WANG Xiangpei², WU Hongmei², YANG Xianyou²(1.Zunyi Institute for Food and Drug Control, Guizhou Zunyi 563002, China; 2.School of Pharmacy, Guiyang College of Traditional Chinese Medicine, Guiyang 550002, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To establish the HPLC fingerprint for *Blumea balsamifera* and its fake *B. riparia*. METHODS: HPLC was performed on the column of Ultimate-C₁₈ with mobile phase of acetonitrile-0.05% phosphoric acid (gradient elution) at a flow rate of 0.6 mL/min, detection wavelength was 270 nm, column temperature was 25 ℃, and injection volume was 7 μL. Using quercetin as a reference, *Similarity Evaluation Software for Chromatographic Fingerprint of Traditional Chinese Medicine* (2004 A edition) was used for the common peaks identification and similarity analysis of 16 batches of *B. balsamifera* and 5 batches of *B. riparia*. RESULTS: There were 61 common peaks in the 16 batches of *B. balsamifera*, similarity degree was 0.931-0.995, which was higher than the similarity degree of 5 batches of *B. riparia*. CONCLUSIONS: The established fingerprint can provide reference for the identification and quality evaluation of *B. balsamifera*.

KEYWORDS *Blumea balsamifera*; *Blumea riparia*; HPLC; Fingerprint; Identification

艾纳香来源于菊科植物艾纳香 *Blumea balsamifera* (L.) DC 的叶及嫩枝,又名大风艾、冰片艾、大艾等,为贵州苗药,具有祛风除湿、温中止泻、活血解毒的功效,用于治疗风寒感冒、风湿痹痛、寒湿泻痢、跌扑伤痛等症^[1-2]。贵州地区还将同属植物假东风草 *B. riparia* (BL.) DC 的叶及嫩枝作为艾纳香药材来源^[2]。由于艾

纳香与假东风草为同科同属植物,两者的药材性状、显微特征及成分等方面相似或相近,难以区别^[3-4],而中药材指纹图谱能够表征中药材所含的物质成分,并可在“共性”中寻找“唯一”的特征^[5-6]。因此,笔者为了确定艾纳香药材品种来源准确性,借助高效液相色谱(HPLC)指纹图谱技术^[7]建立了艾纳香药材的HPLC指纹图谱,

- mice[J]. *Bangl J Pharmacol*, 2012, 7(7): 217-221.
- [8] 叶艳清, 李国平, 蒲泽锦, 等. 腺苷通过内质网应激途径诱导HepG2细胞凋亡的研究[J]. *中国药理学通报*, 2010, 26(5): 596-601.
- [9] 王阳, 高明宇, 李铁铮, 等. 腺苷对大鼠心肌缺血再灌注损伤保护作用的研究[J]. *中国医科大学学报*, 2007, 36(2): 145-147.
- [10] 王冬梅, 刘景汉, 周俊, 等. 腺苷对血小板体外激活的抑制

- 作用[J]. *中国实验血液学杂志*, 2005, 13(6): 1094-1098.
- [11] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典: 一部[S]. 2015年版. 北京: 中国医药科技出版社, 2015: 115.
- [12] 张彬, 李倩, 党爱华. HPLC法同时测定赤子爱胜蚓药材中尿嘧啶、次黄嘌呤、黄嘌呤、尿苷、腺苷的含量[J]. *中国药房*, 2016, 27(12): 1692-1694.
- [13] 黄兰芳, 郭方遒, 梁逸曾, 等. HPLC-ESI-MS测定冬虫夏草和蚕蛹虫草中腺苷和虫草素含量[J]. *中国中药杂志*, 2004, 29(8): 762-764.
- [14] 肖亦农, 韩梅, 赵春燕. 不同培养基对蛹虫草子实体甘露醇、多糖和矿质元素含量的影响[J]. *沈阳农业大学学报*, 2009, 40(2): 227-229.

Δ 基金项目: 贵州省中药现代化科技产业研究开发专项项目(No. 黔科合中药字[2010]5028号); 贵州省高层次创新人才培养项目(No. 遵市科合人才[2015]35号)

* 副主任药师, 硕士。研究方向: 食品药品检验及新药研发。
E-mail: fenghua781014@163.com

通信作者: 教授, 硕士生导师, 博士。研究方向: 新药研发及药物鉴定。电话: 0852-8928059

(收稿日期: 2016-10-16 修回日期: 2016-12-13)

(编辑: 张 静)

在整体性和模糊性上对艾纳香及假东风草进行指纹图谱比较,以期对艾纳香药材的鉴别及质量控制提供一定的参考和依据。

1 材料

1.1 仪器

1100型HPLC仪,包括DAD二极管阵列检测器(美国Agilent公司);AL204-IC型电子分析天平(瑞士Mettler-Toledo公司);HS-10260T型超声波清洗机(天津市恒奥科技发展有限公司,功率:250 W,频率:40 kHz);HH-6型数显恒温水浴锅(常州澳华仪器有限公司)。

1.2 试剂

槲皮素对照品(中国食品药品检定研究院,批号:100081-201408,纯度:100%);甲醇、乙腈为色谱纯,其余试剂均为分析纯,水为纯化水。

1.3 药材

16批艾纳香药材和5批假东风草药材,采集于贵州贞丰、望谟等地区(见表1),经贵阳中医学院王祥培教授鉴定。

表1 21批药材来源

Tab 1 Sources of 21 batches of medicinal materials

样品编号	采集地	学名及拉丁名
S1	贵州贞丰河堡村公路旁	艾纳香 <i>B. balsamifera</i> (L.)DC叶及幼枝
S2	贵州省北盘江流域沿岸①	艾纳香 <i>B. balsamifera</i> (L.)DC叶及幼枝
S3	贵州省北盘江流域沿岸②	艾纳香 <i>B. balsamifera</i> (L.)DC叶及幼枝
S4	贵州省北盘江流域沿岸③	艾纳香 <i>B. balsamifera</i> (L.)DC叶及幼枝
S5	贵州省北盘江水坝	艾纳香 <i>B. balsamifera</i> (L.)DC叶及幼枝
S6	贵州省北盘江大坝公路旁	艾纳香 <i>B. balsamifera</i> (L.)DC叶及幼枝
S7	贵州省北盘江电站	艾纳香 <i>B. balsamifera</i> (L.)DC叶及幼枝
S8	贵州省贞丰县沙坪乡红桃村	艾纳香 <i>B. balsamifera</i> (L.)DC叶及幼枝
S9	贵州省贞丰县沙坪乡红桃村路边野生②	艾纳香 <i>B. balsamifera</i> (L.)DC叶及幼枝
S10	贵州省贞丰县沙坪乡红桃村路边野生③	艾纳香 <i>B. balsamifera</i> (L.)DC叶及幼枝
S11	贵州省贞丰县沙坪乡红桃村658线道	艾纳香 <i>B. balsamifera</i> (L.)DC叶及幼枝
S12	贵州省望谟县乐羊镇5组河岸①	艾纳香 <i>B. balsamifera</i> (L.)DC叶及幼枝
S13	贵州省望谟县乐羊镇5组河岸②	艾纳香 <i>B. balsamifera</i> (L.)DC叶及幼枝
S14	贵州省望谟县乐羊镇5组河岸③	艾纳香 <i>B. balsamifera</i> (L.)DC叶及幼枝
S15	贵州省望谟县乐羊镇公路旁	艾纳香 <i>B. balsamifera</i> (L.)DC叶及幼枝
S16	贵州贞丰河堡村公路旁	艾纳香 <i>B. riparia</i> (BL) DC叶及幼枝
A	贵州省望谟县乐羊镇5组河岸②	假东风草 <i>B. riparia</i> (BL) DC茎秆
B	贵州省望谟县乐羊镇5组艾片加工厂	假东风草 <i>B. riparia</i> (BL) DC茎秆
C	贵州省北盘江流域沿岸	假东风草 <i>B. riparia</i> (BL) DC叶及幼枝
D	贵州省北盘江流域沿岸	假东风草 <i>B. riparia</i> (BL) DC叶及幼枝
E	贵州省罗甸县红水河	假东风草 <i>B. riparia</i> (BL) DC叶及幼枝

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱:Ultimate-C₁₈(250 mm×4.6 mm, 5 μm);流动相:乙腈(A)-0.05%磷酸溶液(B),梯度洗脱(0~10 min, 1%→15% A; 10~40 min, 15%~25% A; 40~60 min, 25%→35% A; 60~80 min, 35%→55% A; 80~90 min, 55%→70% A; 90~110 min, 70%→100% A; 110~120 min, 100% A);流速:0.6 mL/min;检测波长:270 nm;柱温:25 ℃;进样量:7 μL。

2.2 溶液的制备

2.2.1 对照品溶液 精密称取对照品适量,加甲醇溶

解,制成槲皮素质量浓度为0.10 mg/mL的对照品溶液。

2.2.2 供试品溶液 精密称取药材样品粉末(过2号筛)1.0 g,置于100 mL具塞锥形瓶中,精密加70%乙醇溶液50 mL,超声提取2次,每次1 h,滤过,合并滤液,置于蒸发皿中60 ℃水浴挥干,残渣加甲醇溶解并定容至10 mL,经0.22 μm微孔滤膜滤过,取续滤液,即得。

2.2.3 空白对照溶液 取甲醇适量,经0.22 μm微孔滤膜滤过,取续滤液,即得。

2.3 方法学考察

2.3.1 精密度试验 取“2.2.1”项下对照品溶液适量,按“2.1”项下色谱条件连续进样测定6次,以槲皮素的保留时间和峰面积为参照,记录各共有峰相对保留时间和相对峰面积。结果,各共有峰相对保留时间的RSD<1.04%,相对峰面积的RSD<2.25%(n=6),表明仪器精密度良好。

2.3.2 稳定性试验 取“2.2.2”项下供试品溶液(编号:S1)适量,分别于室温下放置0、6、12、18、24、36 h时按“2.1”项下色谱条件进样测定,以槲皮素的保留时间和峰面积为参照,记录各共有峰相对保留时间和相对峰面积。结果,各共有峰相对保留时间的RSD<1.44%,相对峰面积的RSD<1.74%(n=6),表明供试品溶液在室温下放置36 h内基本稳定。

2.3.3 重复性试验 精密称取同一批样品(编号:S1)适量,按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液,共6份,再按“2.1”项下色谱条件进样测定,以槲皮素的保留时间和峰面积为参照,记录各共有峰相对保留时间和相对峰面积。结果,各共有峰相对保留时间的RSD<1.73%,相对峰面积的RSD<2.08%(n=6),表明本方法重复性良好。

2.4 HPLC指纹图谱的生成及共有峰的指认

2.4.1 指纹图谱的生成 取16批艾纳香药材样品适量,按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液,再按“2.1”项下色谱条件进样测定,得HPLC指纹图谱,详见图1、图2。

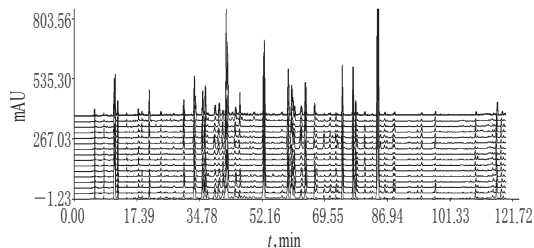


图1 16批艾纳香药材的HPLC叠加指纹图谱

Fig 1 HPLC overlay fingerprint chromatograms of 16 batches of *B. balsamifera*

2.4.2 共有峰的指认 采用《中药色谱指纹图谱相似度评价系统》(2004 A版)对16批艾纳香药材样品进行比较分析,指定参照峰(槲皮素,30号峰)之后进行自动匹配,以平均数生成艾纳香药材HPLC指纹图谱,采用相对保留时间标定了其中的61个共有色谱峰,详见图2。

2.4.3 相似度分析 采用《中药色谱指纹图谱相似度评

价系统》(2004 A版)对21批药材样品进行比较分析。结果,艾纳香药材样品与假东风草药材样品相似度结果有明显差异,详见表2。

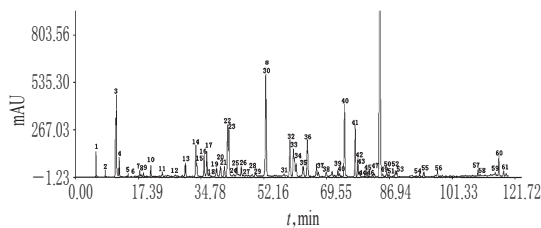


图2 16批艾纳香药材HPLC对照指纹图谱

Fig 2 HPLC reference fingerprint chromatograms of 16 batches of *B. balsamifera*

2.4.4 相对保留时间和峰面积分析 采用《中药色谱指纹图谱相似度评价系统》(2004 A版)对21批药材样品进行HPLC图谱比较分析,结果见表3、表4(表中“-”为未检出)。结果表明,艾纳香药材样品与假东风草药材药

品相对保留时间有明显差异。

表2 艾纳香药材样品与假东风草药材样品相似度分析结果

Tab 2 Similarity analysis results of *B. balsamifera* and *B. riparia*

No.	相似度	No.	相似度
S1	0.965	S12	0.979
S2	0.976	S13	0.984
S3	0.995	S14	0.990
S4	0.980	S15	0.961
S5	0.978	S16	0.931
S6	0.975	A	0.221
S7	0.983	B	0.379
S8	0.986	C	0.390
S9	0.974	D	0.495
S10	0.971	E	0.697
S11	0.980		

3 讨论

表3 21批药材样品HPLC图谱共有峰的相对保留时间(S1~S11)

Tab 3 Relative retention time of the common peaks of 21 batches of medicinal materials(S1~S11)

峰号	S1	S2	S3	S4	S5	S6	S7	S8	S9	S10	S11
1	0.108 6	0.108 8	0.109 1	0.108 2	0.109 3	0.108 7	0.108 6	0.108 8	0.109 1	0.108 2	0.109 3
2	0.155 0	0.155 6	0.156 1	0.155 0	0.154 8	0.155 5	0.155 0	0.155 6	0.156 1	0.155 0	0.154 8
3	0.215 8	0.219 3	0.214 3	0.213 7	0.214 8	0.214 9	0.215 8	0.219 3	0.214 3	0.213 7	0.214 8
4	0.229 3	0.229 4	0.225 0	0.224 8	0.226 9	0.227 6	0.229 3	0.229 4	0.225 0	0.224 8	0.226 9
5	0.282 1	0.277 0	0.280 4	0.283 1	0.275 9	0.279 3	0.282 1	0.277 0	0.280 4	0.283 1	0.275 9
6	0.313 0	0.314 1	0.312 9	0.317 1	0.318 4	0.316 1	0.313 0	0.314 1	0.312 9	0.317 1	0.318 4
7	0.321 4	0.319 2	0.321 5	0.320 6	0.320 1	0.321 0	0.321 4	0.319 2	0.321 5	0.320 6	0.320 1
8	0.337 9	0.338 0	0.338 6	0.338 1	0.338 4	0.338 1	0.337 9	0.338 0	0.338 6	0.338 1	0.338 4
9	0.347 5	0.347 9	0.344 5	0.345 5	0.345 5	0.347 5	0.347 9	0.344 5	0.345 5	0.346 6	0.347 9
10	0.396 0	0.396 6	0.397 6	0.393 8	0.396 2	0.396 0	0.396 6	0.397 6	0.393 8	0.396 2	0.396 0
11	0.456 9	0.458 0	0.455 6	0.456 0	0.456 6	0.456 6	0.458 0	0.455 6	0.456 0	0.456 6	0.456 6
12	0.524 2	0.523 3	0.524 1	0.522 9	0.523 1	0.523 7	0.523 3	0.524 1	0.522 9	0.523 1	0.523 7
13	0.583 6	0.579 1	0.573 8	0.582 0	0.580 4	0.579 0	0.579 1	0.573 8	0.582 0	0.580 4	0.579 0
14	0.632 1	0.626 0	0.626 2	0.631 4	0.628 4	0.629 4	0.626 0	0.626 2	0.631 4	0.628 4	0.629 4
15	0.636 7	0.637 0	0.636 8	0.639 9	0.638 8	0.637 8	0.637 0	0.636 8	0.639 9	0.638 8	0.637 8
16	0.679 3	0.672 2	0.678 0	0.675 4	0.679 7	0.676 8	0.672 2	0.678 0	0.675 4	0.679 7	0.676 8
17	0.695 2	0.693 2	0.693 6	0.690 2	0.691 2	0.692 3	0.693 2	0.693 6	0.690 2	0.691 2	0.692 3
18	0.706 1	0.702 1	0.701 1	0.705 1	0.702 1	0.703 1	0.706 1	0.702 1	0.701 1	0.705 1	0.702 1
19	0.741 1	0.739 1	0.741 1	0.740 1	0.740 1	0.740 1	0.741 1	0.739 1	0.741 1	0.740 1	0.740 1
20	0.765 9	0.760 9	0.756 9	0.757 9	0.761 9	0.760 9	0.765 9	0.760 9	0.756 9	0.757 9	0.761 9
21	0.781 6	0.782 0	0.783 2	0.778 1	0.781 2	0.781 5	0.781 6	0.782 0	0.783 2	0.778 1	0.781 2
22	0.799 5	0.806 3	0.790 6	0.790 5	0.800 5	0.797 8	0.799 5	0.806 3	0.790 6	0.807 2	0.800 5
23	0.810 3	0.807 3	0.812 7	0.807 2	0.809 6	0.808 9	0.810 3	0.807 3	0.812 7	0.833 5	0.809 6
24	0.834 5	0.830 5	0.829 5	0.833 5	0.830 5	0.831 5	0.834 5	0.830 5	0.829 5	0.847 5	0.830 5
25	0.848 5	0.846 5	0.848 5	0.847 5	0.847 5	0.847 5	0.848 5	0.846 5	0.848 5	0.867 8	0.847 5
26	0.875 6	0.870 6	0.866 6	0.867 6	0.871 6	0.870 6	0.875 6	0.870 6	0.866 6	0.903 2	0.871 6
27	0.903 2	0.904 2	0.914 2	0.903 2	0.905 2	0.906 2	0.903 2	0.904 2	0.914 2	0.927 6	0.905 2
28	0.926 9	0.926 9	0.932 9	0.927 9	0.926 9	0.927 9	0.926 9	0.926 9	0.932 9	0.945 5	0.926 9
29	0.949 4	0.950 7	0.948 4	0.945 3	0.946 4	0.945 2	0.949 4	0.950 7	0.948 4	1.000 0	0.944 5
30S	1.000 0	1.000 0	1.000 0	1.000 0	1.000 0	1.000 0	1.000 0	1.000 0	1.000 0	1.000 0	1.000 0
31	1.096 0	1.096 3	1.096 0	1.095 8	1.095 9	1.096 5	1.096 0	1.096 3	1.090 7	1.131 5	1.089 7
32	1.126 6	1.126 6	1.126 6	1.126 6	1.126 6	1.126 6	1.126 6	1.126 6	1.126 6	1.148 1	1.126 6
33	1.143 3	1.145 7	1.145 5	1.146 1	1.147 1	1.143 3	1.145 7	1.145 5	1.150 4	1.157 2	1.145 0
34	1.158 9	1.159 5	1.159 5	1.160 9	1.158 5	1.158 9	1.159 5	1.159 5	1.156 3	1.196 1	1.157 6
35	1.194 3	1.194 5	1.195 1	1.194 7	1.195 5	1.194 3	1.194 5	1.195 1	1.196 4	1.218 1	1.195 9
36	1.222 7	1.221 1	1.219 7	1.219 8	1.214 5	1.222 7	1.221 1	1.219 7	1.218 4	0.963 7	1.218 4
37	1.275 3	1.272 3	1.273 3	1.269 9	1.270 1	1.275 3	1.272 3	1.273 3	1.276 8	0.865 4	1.277 2

续表3
Continued tab 3

峰号	S1	S2	S3	S4	S5	S6	S7	S8	S9	S10	S11
38	1.318 9	1.317 8	1.316 8	1.316 0	1.315 8	1.318 9	1.317 8	1.316 8	1.316 7	1.276 6	1.318 1
39	1.377 6	1.381 9	1.379 0	1.374 4	1.380 2	1.377 6	1.381 9	1.379 0	1.377 0	1.316 7	1.377 2
40	1.387 6	1.388 6	1.389 7	1.390 6	1.391 0	1.387 6	1.388 6	1.389 7	1.390 2	1.377 6	1.388 9
41	1.415 1	1.412 1	1.413 1	1.416 1	1.412 1	1.411 1	1.415 1	1.412 1	1.409 1	1.410 1	1.406 7
42	1.468 1	1.468 1	1.468 1	1.469 1	1.467 1	1.469 1	1.468 1	1.468 1	1.470 1	1.469 1	1.468 3
43	1.479 3	1.483 3	1.482 3	1.487 3	1.482 3	1.478 3	1.479 3	1.483 3	1.486 9	1.484 0	1.479 4
44	1.486 4	1.489 5	1.489 8	1.489 9	1.490 3	1.491 5	1.486 4	1.489 5	1.492 1	1.493 2	1.494 1
45	1.521 4	1.531 4	1.528 7	1.530 4	1.537 2	1.521 5	1.521 4	1.531 4	1.529 5	1.530 5	1.533 5
46	1.559 9	1.562 3	1.561 6	1.563 0	1.560 0	1.565 4	1.559 9	1.562 3	1.557 8	1.557 8	1.558 8
47	1.569 3	1.569 3	1.575 3	1.570 3	1.569 3	1.570 3	1.570 9	1.570 6	1.570 4	1.570 5	1.571 2
48	1.602 6	1.603 9	1.601 6	1.598 5	1.599 6	1.598 4	1.598 7	1.598 7	1.598 7	1.598 7	1.594 5
49	1.611 1	1.610 6	1.611 5	1.611 9	1.609 7	1.612 0	1.614 4	1.614 2	1.614 8	1.615 8	1.614 1
50	1.635 8	1.636 1	1.635 8	1.635 6	1.635 7	1.636 3	1.635 4	1.635 4	1.636 8	1.634 4	1.635 5
51	1.647 3	1.647 3	1.647 3	1.647 3	1.647 3	1.647 3	1.646 0	1.646 6	1.646 2	1.647 0	1.649 2
52	1.678 6	1.681 0	1.680 8	1.681 4	1.682 4	1.678 6	1.683 2	1.681 8	1.681 9	1.676 6	1.679 4
53	1.686 5	1.687 1	1.687 1	1.688 5	1.686 1	1.686 5	1.683 2	1.684 2	1.680 8	1.681 0	1.686 9
54	1.806 3	1.806 5	1.807 1	1.806 7	1.807 5	1.806 3	1.808 8	1.807 8	1.807 0	1.806 8	1.803 9
55	1.834 3	1.832 7	1.831 3	1.831 4	1.826 1	1.834 3	1.833 6	1.830 7	1.826 1	1.831 9	1.823 8
56	1.900 5	1.897 5	1.898 5	1.895 1	1.895 3	1.900 5	1.902 6	1.903 7	1.904 6	1.905 0	1.900 5
57	2.115 6	2.114 5	2.113 5	2.112 7	2.112 5	2.115 6	2.114 1	2.113 8	2.113 6	2.113 7	2.115 4
58	2.124 6	2.128 9	2.126 0	2.121 4	2.127 2	2.124 6	2.125 3	2.125 3	2.125 3	2.125 3	2.128 8
59	2.204 6	2.205 6	2.206 7	2.207 6	2.208 0	2.204 6	2.205 0	2.204 8	2.205 4	2.206 4	2.204 8
60	2.226 2	2.223 2	2.224 2	2.227 2	2.223 2	2.222 2	2.224 1	2.224 1	2.225 5	2.223 1	2.224 1
61	2.105 6	2.137 4	2.356 4	2.105 6	1.563 3	2.356 8	1.257 8	2.658 7	2.156 4	2.168 9	2.204 5

表4 21批药材样品HPLC图谱共有峰的相对峰面积(S12~S16,A~E)

Tab 3 Relative peak area of the common peaks of 21 batches of medicinal materials(S12~S16,A~E)

峰号	S12	S13	S14	S15	S16	A	B	C	D	E
1	0.108 7	0.108 2	0.108 1	0.108 2	0.108 2	-	0.108 2	0.108 1	0.108 2	0.108 2
2	0.155 5	0.156 4	0.156 6	0.156 9	0.156 4	0.156 5	0.156 5	0.156 4	0.156 4	0.156 5
3	0.214 9	0.215 8	0.215 7	0.216 4	0.215 5	0.215 3	0.215 3	-	-	0.215 3
4	0.227 6	0.229 3	0.229 4	0.225 0	0.224 8	0.230 3	0.230 3	-	0.230 2	0.230 3
5	0.279 3	0.282 1	0.277 0	0.280 4	0.283 1	0.277 0	0.277 0	0.277 0	-	0.277 0
6	0.316 1	0.313 7	0.313 9	0.313 1	0.313 9	0.313 2	-	0.313 2	-	0.313 2
7	0.321 0	0.323 9	0.321 4	0.324 1	0.323 8	0.323 3	0.323 3	0.323 3	0.323 3	0.323 4
8	0.338 1	0.336 1	0.340 9	0.338 0	0.337 8	0.337 8	0.337 8	0.337 8	0.337 8	0.337 9
9	0.344 5	0.345 5	0.347 5	0.347 9	0.344 5	-	-	0.344 4	-	0.344 4
10	0.397 6	0.393 8	0.396 2	0.396 0	0.396 6	-	-	0.395 6	0.395 7	0.395 7
11	0.455 6	0.456 0	0.456 6	0.456 6	0.458 0	0.456 9	0.456 9	0.456 6	0.456 7	0.456 7
12	0.524 1	0.522 9	0.523 1	0.523 7	0.523 3	-	0.524 4	0.524 4	0.524 4	0.524 3
13	0.573 8	0.582 0	0.580 4	0.579 0	0.579 1	0.577 7	0.577 7	0.577 7	-	0.577 7
14	0.626 2	0.631 4	0.628 4	0.629 4	0.626 0	0.632 4	0.632 5	0.632 4	0.632 5	0.632 4
15	0.636 8	0.639 9	0.638 8	0.637 8	0.637 0	0.637 8	0.637 9	0.637 8	0.637 9	0.637 8
16	0.678 0	0.675 4	0.679 7	0.676 8	0.672 2	0.676 2	0.676 2	0.676 2	0.676 2	0.676 1
17	0.693 6	0.690 2	0.691 2	0.692 3	0.693 2	0.690 2	0.690 2	0.690 2	0.690 2	0.690 1
18	0.703 1	0.709 0	0.701 1	0.699 2	0.707 4	-	-	0.703 2	0.703 2	0.703 1
19	0.740 1	0.740 8	0.744 2	0.734 9	0.740 1	-	0.741 1	0.741 3	0.741 2	0.741 1
20	0.760 9	0.760 8	0.762 8	0.760 9	0.764 0	0.762 0	0.762 1	0.761 9	0.761 9	0.761 8
21	0.781 5	0.783 2	0.785 8	0.783 4	0.783 1	0.782 5	0.782 6	0.782 7	0.782 7	0.782 6
22	0.797 8	0.799 8	0.800 6	0.798 5	0.798 9	0.799 6	0.799 7	0.799 6	0.799 7	0.799 5
23	0.808 9	0.805 9	0.806 8	0.805 8	0.804 6	0.806 1	0.806 2	0.806 1	0.806 2	0.806 1
24	0.831 5	0.837 4	0.829 5	0.827 6	0.835 8	0.831 5	0.831 6	0.831 5	0.831 5	0.831 4
25	0.847 5	0.848 2	0.851 6	0.842 3	0.847 5	0.848 6	0.848 6	0.848 5	0.848 5	0.848 5
26	0.870 6	0.870 5	0.872 5	0.870 6	0.873 7	0.871 6	0.871 7	0.871 7	0.871 7	0.871 6
27	0.906 2	0.912 4	0.910 5	0.911 1	0.908 5	0.909 2	0.909 2	0.909 3	0.909 3	0.909 3
28	0.927 9	0.933 0	0.926 8	0.931 4	0.928 0	0.927 8	0.927 9	0.927 7	-	0.927 9
29	0.944 5	0.944 5	0.945 5	0.943 5	0.941 3	0.945 5	0.945 6	0.945 5	0.945 4	0.945 5
30	1.000 0	1.000 0	1.000 0	1.000 0	1.000 0	1.000 0	1.000 0	1.000 0	1.000 0	1.000 0

续表4

Continued tab 4

峰号	S12	S13	S14	S15	S16	A	B	C	D	E
31	1.091 7	1.092 7	1.089 7	1.090 7	1.095 7	-	1.095 6	1.095 6	1.095 7	1.095 7
32	1.125 6	1.126 6	1.125 6	1.125 6	1.128 5	1.126 6	1.126 6	1.126 6	1.126 6	1.126 6
33	1.146 1	1.144 9	1.149 1	1.150 4	1.144 1	-	-	1.145 1	1.145 1	1.145 2
34	1.155 4	1.157 7	1.156 8	1.156 3	1.159 3	-	-	1.159 5	1.159 5	1.159 5
35	1.196 0	1.196 6	1.196 1	1.196 4	1.191 9	1.195 7	1.195 7	1.195 7	1.195 9	1.196 0
36	1.218 4	1.218 4	1.218 4	1.218 4	1.212 2	1.218 3	1.218 3	1.218 4	1.218 4	1.218 5
37	1.278 2	1.274 4	1.276 8	1.276 6	1.275 3	1.276 4	1.276 1	1.265 7	1.276 2	1.276 3
38	1.315 7	1.316 1	1.316 7	1.316 7	1.318 7	1.347 7	1.347 6	1.276 3	1.316 7	1.316 8
39	1.378 0	1.376 8	1.377 0	1.377 6	1.381 8	1.378 1	1.378 0	1.316 6	1.378 2	1.378 3
40	1.383 6	1.391 8	1.390 2	1.388 8	1.386 5	1.387 3	1.387 2	1.378 1	1.387 4	1.387 6
41	1.406 9	1.412 1	1.409 1	1.410 1	1.411 1	1.412 8	1.412 8	-	1.413 0	1.413 1
42	1.468 1	1.471 2	1.470 1	1.469 1	1.468 1	1.468 8	1.468 8	1.387 4	1.468 9	1.469 1
43	1.485 2	1.482 6	1.486 9	1.484 0	1.482 6	-	1.483 0	1.412 9	1.483 1	1.483 3
44	1.494 5	1.491 1	1.492 1	1.493 2	1.497 7	-	1.490 7	1.468 9	1.490 9	1.491 1
45	1.529 5	1.528 5	1.532 5	1.529 5	1.531 7	1.530 2	1.530 1	1.483 1	1.530 3	1.530 5
46	1.556 8	1.558 8	1.557 8	1.557 8	1.558 8	-	1.558 4	1.530 3	1.558 6	1.558 8
47	1.570 0	1.570 3	1.570 3	1.570 3	1.571 2	-	-	1.540 8	1.569 9	1.570 1
48	1.596 8	1.599 2	1.599 0	1.599 6	1.599 6	1.598 4	1.598 4	1.558 6	1.598 6	1.598 8
49	1.614 7	1.613 8	1.613 8	1.615 2	1.615 2	-	-	-	1.613 6	1.613 9
50	1.635 5	1.634 2	1.634 8	1.634 4	1.634 4	-	1.635 1	1.598 6	1.635 2	1.635 5
51	1.645 4	1.650 0	1.648 6	1.648 7	1.648 7	-	-	1.613 7	1.647 1	1.647 4
52	1.679 8	1.676 5	1.677 5	1.674 1	1.674 3	1.680 1	1.680 0	1.635 3	1.680 2	1.680 5
53	1.685 7	1.688 2	1.687 2	1.686 4	1.686 2	1.686 8	1.686 8	1.647 1	1.686 9	1.687 2
54	1.812 1	1.811 4	1.808 5	1.803 9	1.809 7	1.807 3	1.807 3	1.680 2	1.807 5	1.807 9
55	1.829 0	1.831 1	1.832 2	1.833 1	1.833 5	-	1.829 4	1.686 9	1.829 7	1.830 1
56	1.903 6	1.902 1	1.901 8	1.901 6	1.901 7	1.900 9	1.900 9	1.807 5	1.901 2	1.901 6
57	2.112 8	2.113 5	2.113 5	2.113 5	2.113 5	2.113 0	2.113 0	-	2.113 2	2.113 6
58	2.125 4	2.125 8	2.125 6	2.126 2	2.127 2	-	-	-	-	-
59	2.205 4	2.206 4	2.204 8	2.205 4	2.206 4	-	-	-	-	-
60	2.225 5	2.223 1	2.224 1	2.225 5	2.223 1	-	-	-	-	-
61	2.125 3	2.156 3	2.145 7	2.253 1	2.221 4	-	-	-	-	-

笔者对不同体积分数的溶剂(甲醇和乙醇)以及不同提取方法(回流提取和超声提取)进行了考察。结果,采用70%乙醇超声提取的方式,样品提取效率高,且色谱峰多,故采用70%乙醇为溶剂,以超声提取的方法来制备供试品溶液。

在色谱条件的选择中,本试验考察了不同溶剂配比的流动相系统,结果发现流动相为乙腈-0.05%磷酸溶液时,各色谱峰的分度度较好,且基线平稳,有利于指纹图谱的分析;且通过多通道波长检测,结果表明270 nm检测波长处信息量丰富,特征峰较明显,故选择该波长作为检测波长;还考察了柱温分别为25、30、35℃时的色谱峰分离度,结果随着柱温的升高,色谱峰的分度度有所改善但分析时间延长,综合考虑,以25℃时分度度较好。笔者还考察了流速为0.60、0.70、0.80 mL/min对色谱峰分度度的影响,发现流速为0.6 mL/min时分度度良好,压力适中,故选择流速为0.6 mL/min。

本研究结果表明,各批次艾纳香HPLC指纹图谱相似度为0.931~0.995之间并有61个共有峰;艾纳香与假东风草HPLC指纹图谱进行比较,其相似度均 \leq 0.697,共有峰少于57个。

综上所述,本研究建立的HPLC指纹图谱具有方法

简便、操作性强、信息丰富等特点;从指纹图谱的研究结果可看出,艾纳香与假东风草的相似度存在一定的差异,能够达到对艾纳香药材品种及部位进行识别的作用,而假东风草与艾纳香在药效作用方面是否存在差异,则有待于进一步的研究。

参考文献

- [1] 邱德文,杜江.中华本草:苗药卷[M].贵阳:贵州科技出版社,2005:176-177.
- [2] 贵州省药品监督管理局.贵州省中药材、民族药材质量标准[S].贵阳:贵州科技出版社,2003:118-119.
- [3] 安军,夏稷子.艾纳香的显微鉴别研究[J].贵阳中医学院学报,2011,33(6):7-9.
- [4] 姜涛涛,陀扬凌,金玲,等.黑果枸杞及其伪品白刺果的HPLC指纹图谱研究[J].中国药房,2016,27(9):1245-1248.
- [5] 孙明玉.艾纳香油含量测定的方法学验证[J].贵州医药,2011,35(8):775.
- [6] 黄永林,赵志国,文永新.不同部位艾纳香中总黄酮的含量测定[J].广西植物,2006,26(4):453-455.
- [7] 王祥培,孙宜春,靳风云,等.芭蕉根HPLC指纹图谱鉴别研究[J].中国实验方剂学杂志,2010,16(12):30-33.

(收稿日期:2016-04-23 修回日期:2016-07-29)

(编辑:张 静)