

# 清痹颗粒的HPLC指纹图谱研究<sup>△</sup>

白雪洁<sup>1\*</sup>, 于淼<sup>2#</sup>, 刘秀华<sup>3</sup>, 白雪媛<sup>4</sup>, 李庆杰<sup>4</sup>(1.长春医学高等专科学校药理学系, 长春 130031; 2.长春三德天晟科技有限公司, 长春 130012; 3.吉林省中医药科学院, 长春 130012; 4.长春中医药大学研发中心, 长春 130117)

中图分类号 R282.5 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2017)30-4282-04

DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2017.30.28

**摘要** 目的:建立清痹颗粒的高效液相色谱(HPLC)指纹图谱。方法:采用HPLC法。色谱柱为Diamondsil C<sub>18</sub>,流动相为甲醇-0.3%磷酸溶液(梯度洗脱),流速为1.0 mL/min,检测波长为260 nm,柱温为25 ℃,进样量为10 μL。以黄芩苷为参照,测定10批样品的HPLC图谱,采用《中药色谱指纹图谱相似度评价系统》(2.0版)进行共有峰指认和相似度评价。结果:10批清痹颗粒的HPLC图谱有29个共有峰,相似度均>0.90。经验证,10批样品HPLC图谱与对照指纹图谱具有较好的一致性。结论:该研究所建指纹图谱可为清痹颗粒的鉴别和质量评价提供参考。

**关键词** 清痹颗粒;指纹图谱;高效液相色谱法

## Study on HPLC Fingerprint of Qingbi Granules

BAI Xuejie<sup>1</sup>, YU Miao<sup>2</sup>, LIU Xiuhua<sup>3</sup>, BAI Xueyuan<sup>4</sup>, LI Qingjie<sup>4</sup>(1.Dept. of Pharmacy, Changchun Medical College, Changchun 130031, China; 2.Changchun Sande Tiansheng Technology Co., Ltd. Changchun 130012, China; 3.Jilin Province Academy of TCM Sciences, Changchun 130012, China; 4.Research & Development Center, Changchun University of TCM, Changchun 130117, China)

**ABSTRACT** OBJECTIVE: To establish HPLC fingerprint of Qingbi granules. METHODS: HPLC method was adopted. The determination was performed on Diamondsil C<sub>18</sub> column with mobile phase consisted of methanol-0.3% phosphoric acid (gradient elution) at the flow rate of 1.0 mL/min. The detection wavelength was set at 260 nm, and column temperature was 25 ℃. The sample size was 10 μL. Using baicalin as reference, HPLC chromatograms of 10 batches of samples were determined. Common peak identification and similarity evaluation were performed by using TCM Chromatographic Fingerprint Similarity Evaluation Software (2.0 edition). RESULTS: There were 29 common peaks in HPLC chromatograms of 10 batches of samples. The similarity among the 10 batches was more than 0.90. After validation, HPLC chromatograms of 10 batches of samples were in line with control fingerprints. CONCLUSIONS: Established fingerprints can provide reference for identification and quality evaluation of Qingbi granules.

**KEYWORDS** Qingbi granules; Fingerprint; HPLC

清痹颗粒是长春中医药大学附属医院的院内制剂,由土茯苓、白花蛇舌草、青风藤、络石藤、薏苡仁、黄芩、

苍术、枳实、香附、大黄、甘草等11味中药组合而成,用于风湿热痹证的治疗,具有清热解毒、疏风除湿、活血通络

- [4] 香港卫生计划署.香港中药材标准:第七册[S].2015:111-122.
- [5] 香港卫生计划署.香港中药材标准:第六册[S].2014:755-766.
- [6] 吴静,程谦凡,孙莉,等.鹅不食草中短叶老鹤草的定量方法研究[J].北方药学,2015,12(10):8-9.
- [7] Chan CO, Jin DP, Dong NP, et al. Qualitative and quantitative analysis of chemical constituents of Centipeda minima by HPLC-QTOF-MS & HPLC-DAD[J]. J Pharm Biomed Anal, 2016, doi:10.1016/j.jpba.2016.04.029.
- [8] 贾媛,张恒玉,柴尧,等.东北地区铁线透骨草药材的HPLC指纹图谱研究[J].中国药房,2017,28(9):1265-1267.
- [9] 刘杰,王曙炎,都恒青.气象色谱法测定鼻塞通喷雾剂中乙酸菊烯酯的含量[J].药物分析杂志,2005,25(7):840-842.
- [10] 刘杰,侯惠鸣,屠万倩.鹅不食草挥发油成分的GC-MS分析[J].中草药,2002,33(9):785-786.
- [11] 茅向军,许乾丽,鲍家科,等.一枝黄花高效液相指纹图谱研究[J].中成药,2011,33(10):1657-1659.
- [12] 冯华,聂明华,王祥培,等.HPLC法同时测定一枝黄花药材中绿原酸、芦丁和山奈素的含量[J].世界科学技术:中医药现代化,2014,16(4):904-907.

<sup>△</sup> 基金项目:吉林省科技发展计划项目(No.20160204021YY)  
\* 讲师,硕士。研究方向:天然药物化学成分。E-mail: 43253545@qq.com

# 通信作者:工程师。研究方向:天然药物化学成分。E-mail: miao4596@163.com

(收稿日期:2017-03-06 修回日期:2017-05-05)

(编辑:张静)

的功效。方中青风藤、络石藤,一则其性俱凉,功在清热解暑,二则均为藤类药材,皆能通经入络,治一切历节风痛;土茯苓、白花蛇舌草、黄芩、薏苡仁、枳实、苍术有加强清热解暑之功,且能除湿利水消肿,尤其是土茯苓、枳实、苍术、薏苡仁能健脾胃、去脾湿、绝水湿之源;香附能活血通络行气;大黄泻火解暑、活血祛瘀;甘草调和诸药;诸药相合,共达清热解暑、疏风除湿、活血通络之目的。清痹颗粒临床应用广泛,但质量控制目前只限于薄层色谱鉴别,未发现其指纹图谱分析研究的报道。本课题组采用高效液相色谱法(HPLC)建立清痹颗粒的指纹图谱<sup>[1]</sup>,为进一步提高其质量控制标准提供依据。

## 1 材料

### 1.1 仪器

1220型HPLC仪,包括紫外检测器(美国Agilent公司);KQ-250型超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司);ME204E型电子天平(瑞士Mettler-Toledo公司)。

### 1.2 药品与试剂

清痹颗粒[长春中医药大学附属医院制剂室自制,批号:160101、160102、160103、160401、160402、160403、161201、161202、161203、161204(编号:S1~S10),规格:5.0 g/袋];黄芩苷对照品(中国食品药品检定研究院,批号:110715-201016,纯度:>99%);甲醇为色谱纯,其余试剂均为分析纯,水为纯化水。

## 2 方法与结果

### 2.1 色谱条件

色谱柱:Diamonsil C<sub>18</sub>(250 mm×4.6 mm, 5 μm);流动相:甲醇(A)-0.3%磷酸溶液(B),梯度洗脱(0~30 min, 25%→35% A; 30~45 min, 35%→40% A; 45~60 min, 40% A; 60~70 min, 40%→50% A; 70~80 min, 50%→60% A; 80~90 min, 60%→70% A; 90~100 min, 70%→80% A; 100~110 min, 80%→90% A; 110~115 min, 90%→25% A; 115~120 min, 25% A)<sup>[2-4]</sup>;流速:1.0 mL/min;检测波长:260 nm;柱温:25 ℃;进样量:10 μL<sup>[2-4]</sup>。

### 2.2 溶液的制备

2.2.1 对照品溶液 称取黄芩苷对照品适量,精密称定,置于10 mL量瓶中,加甲醇溶解并定容,摇匀,制成对照品贮备液。精密量取上述对照品贮备液1.0 mL,置于10 mL量瓶中,加甲醇定容,摇匀,制成黄芩苷质量浓度为0.098 mg/mL的对照品溶液。

2.2.2 供试品溶液 取样品适量,研细,取约0.5 g,精密称定,置于具塞锥形瓶中,精密加甲醇50 mL,密塞,称定质量,超声(功率:250 W,频率:40 kHz)处理30 min,放冷,再次称定质量,用甲醇补足减失的质量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

### 2.3 方法学考察

2.3.1 精密度试验 取“2.2.2”项下供试品溶液(批号:160103)适量,按“2.1”项下色谱条件连续进样测定6次,

以黄芩苷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,29个共有峰相对保留时间的RSD<1.3%(n=6),相对峰面积的RSD<2.2%(n=6),表明本方法精密度良好。

2.3.2 稳定性试验 取“2.2.2”项下供试品溶液(批号:160103)适量,分别于室温下放置0、4、8、10、12 h时按“2.1”项下色谱条件进样测定,以黄芩苷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,29个共有峰相对保留时间、相对峰面积的RSD<1.8%(n=5),表明供试品溶液室温放置12 h内基本稳定。

2.3.3 重复性试验 精密称取同一批样品(批号:160103)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,以黄芩苷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,29个共有峰相对保留时间的RSD<1.0%(n=6),相对峰面积的RSD<2.3%(n=6),表明本方法重复性良好。

### 2.4 HPLC指纹图谱的生成与相似度、共有峰相关分析

2.4.1 HPLC指纹图谱的生成 取10批样品各适量,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,采用《中药色谱指纹图谱相似度评价系统》(2.0版)对10批样品的HPLC图谱进行分析,得HPLC指纹图谱,详见图1、图2。

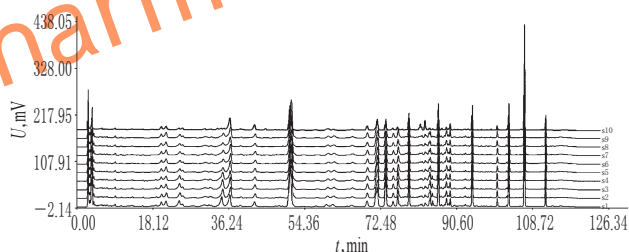


图1 10批样品HPLC叠加指纹图谱

Fig 1 HPLC superposed fingerprints of 10 batches of samples

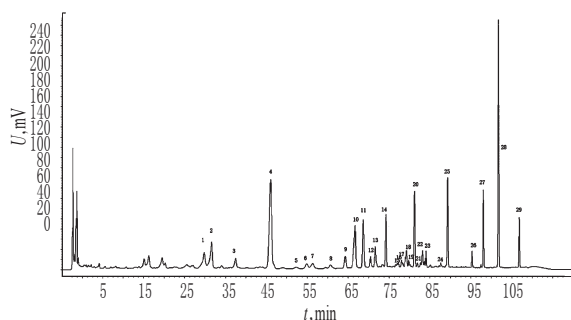


图2 样品HPLC对照指纹图谱

Fig 2 Control HPLC fingerprints of 10 batches of samples

2.4.2 相似度分析 采用《中药色谱指纹图谱相似度评价系统》(2.0版)对10批样品的HPLC图谱进行比较分析。结果,10批样品(S1~S10)相似度均>0.90,表明10

批样品质量稳定, 详见表1。

表1 10批样品相似度评价结果

**Tab 1 Similarity evaluation of 10 batches of samples**

编号	S1	S2	S3	S4	S5	S6	S7	S8	S9	S10
S1	1.000	0.998	0.997	0.996	0.986	0.989	0.986	0.986	0.984	0.988
S2	0.998	1.000	0.999	0.998	0.989	0.991	0.990	0.990	0.989	0.991
S3	0.997	0.999	1.000	0.998	0.987	0.990	0.988	0.987	0.986	0.989
S4	0.996	0.998	0.998	1.000	0.990	0.990	0.991	0.990	0.989	0.990
S5	0.986	0.989	0.987	0.990	1.000	0.998	0.999	1.000	0.999	0.998
S6	0.989	0.991	0.990	0.990	0.998	1.000	0.998	0.998	0.998	0.999
S7	0.986	0.990	0.988	0.991	0.999	0.998	1.000	0.999	1.000	0.998
S8	0.986	0.990	0.987	0.990	1.000	0.998	0.999	1.000	0.999	0.999
S9	0.984	0.989	0.986	0.989	0.999	0.998	1.000	0.999	1.000	0.998
S10	0.988	0.991	0.989	0.990	0.998	0.999	0.998	0.999	0.998	1.000
对照	0.994	0.997	0.996	0.996	0.997	0.998	0.998	0.998	0.997	0.998

2.4.3 共有峰相关数据分析 采用《中药色谱指纹图谱相似度评价系统》(2.0版)对10批样品的HPLC图谱进行比较分析。结果,10批样品共有29个共有峰,通过对照品HPLC图谱确定4号峰为黄芩苷。以4号峰为参照峰,计算其他共有峰对4号峰的相对保留时间和相对峰面积,详见表2、表3。

表2 10批样品HPLC图谱共有峰的相对保留时间

**Tab 2 Relative retention time of common peaks in HPLC fingerprints of 10 batches of samples**

峰号	S1	S2	S3	S4	S5	S6	S7	S8	S9	S10	均值
1	0.011 5	0.011 7	0.011 3	0.007 4	0.009 8	0.009 9	0.009 2	0.009 2	0.009 5	0.009 2	0.009 9
2	0.039 6	0.040 2	0.040 6	0.035 1	0.029 8	0.034 0	0.030 6	0.030 7	0.030 6	0.030 8	0.034 2
3	0.274 1	0.247 6	0.275 7	0.200 7	0.215 4	0.291 3	0.217 9	0.218 2	0.211 5	0.265 9	0.241 8
4(S)	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
5	0.066 8	0.050 4	0.053 2	0.050 1	0.047 8	0.053 8	0.048 3	0.048 5	0.048 2	0.048 9	0.051 6
6	0.045 5	0.037 6	0.038 5	0.035 9	0.036 9	0.039 8	0.037 8	0.037 7	0.037 5	0.037 6	0.038 5
7	0.097 7	0.094 3	0.095 3	0.095 3	0.094 7	0.094 5	0.095 9	0.095 8	0.095 9	0.095 3	0.095 5
8	0.432 9	0.427 1	0.431 1	0.434 1	0.373 9	0.370 2	0.375 9	0.376 7	0.369 5	0.368 5	0.396 0
9	0.357 4	0.355 7	0.356 9	0.358 3	0.286 9	0.280 9	0.286 1	0.287 1	0.273 9	0.275 7	0.311 9
10	0.067 8	0.066 3	0.068 0	0.066 9	0.062 7	0.062 7	0.062 8	0.062 8	0.060 6	0.060 7	0.064 1
11	0.140 7	0.137 2	0.139 1	0.138 8	0.116 0	0.116 1	0.116 0	0.116 0	0.111 5	0.110 8	0.124 2
12	0.246 2	0.248 9	0.237 1	0.238 5	0.232 6	0.240 0	0.225 1	0.225 3	0.235 6	0.245 4	0.237 5
13	0.009 4	0.009 8	0.010 0	0.009 8	0.011 5	0.011 6	0.011 5	0.011 6	0.011 6	0.011 5	0.010 8
14	0.014 6	0.014 4	0.014 9	0.015 0	0.014 0	0.013 7	0.014 0	0.014 0	0.014 6	0.013 8	0.014 3
15	0.016 2	0.016 4	0.015 6	0.015 2	0.016 9	0.017 1	0.017 3	0.017 3	0.017 3	0.017 1	0.016 6
16	0.042 0	0.028 1	0.027 9	0.027 4	0.031 1	0.030 5	0.030 7	0.030 4	0.032 7	0.031 0	0.031 2
17	0.349 6	0.349 6	0.341 7	0.343 9	0.337 8	0.335 4	0.327 5	0.327 5	0.327 7	0.326 4	0.336 7
18	0.017 8	0.018 1	0.017 8	0.017 9	0.018 4	0.018 4	0.017 9	0.017 9	0.018 2	0.018 3	0.018 1
19	0.017 9	0.018 7	0.018 9	0.019 0	0.020 0	0.020 2	0.020 0	0.020 1	0.019 8	0.019 7	0.019 4
20	0.079 5	0.078 8	0.080 1	0.080 6	0.085 3	0.084 9	0.085 6	0.085 8	0.082 9	0.082 4	0.082 6
21	0.023 3	0.023 6	0.023 3	0.023 3	0.024 3	0.024 0	0.023 5	0.023 6	0.024 6	0.024 2	0.023 8
22	0.061 4	0.060 7	0.059 2	0.059 6	0.062 1	0.061 5	0.059 8	0.059 8	0.061 9	0.061 3	0.060 7
23	0.012 2	0.011 5	0.012 1	0.012 3	0.013 0	0.012 9	0.013 1	0.013 1	0.012 9	0.012 7	0.012 6
24	0.422 2	0.416 3	0.418 2	0.421 2	0.314 5	0.305 1	0.307 0	0.307 6	0.281 5	0.280 4	0.347 4
25	0.060 9	0.055 6	0.058 0	0.058 4	0.050 9	0.050 5	0.052 7	0.052 7	0.049 3	0.048 9	0.053 8
26	0.008 3	0.008 9	0.008 6	0.008 9	0.009 5	0.009 8	0.009 4	0.009 0	0.009 8	0.008 3	0.009 0
27	0.270 8	0.266 9	0.265 4	0.267 1	0.278 5	0.276 8	0.271 5	0.271 5	0.267 6	0.267 2	0.270 3
28	0.829 3	0.821 7	0.811 6	0.816 8	0.921 5	0.917 3	0.904 9	0.902 5	0.877 6	0.878 1	0.868 1
29	0.160 4	0.157 7	0.154 3	0.155 5	0.172 5	0.172 0	0.168 1	0.167 5	0.164 5	0.164 7	0.163 7

### 3 讨论

本试验分别对乙腈-磷酸溶液和甲醇-磷酸溶液作为流动相进行了考察<sup>[5]</sup>,结果,甲醇-0.3%磷酸溶液为流动

表3 10批样品HPLC图谱共有峰的相对峰面积

Tab 3 Relative peak areas of common peaks in HPLC fingerprints of 10 batches of samples

峰号	S1	S2	S3	S4	S5	S6	S7	S8	S9	S10	均值
1	0.140 6	0.140 6	0.140 4	0.140 5	0.140 3	0.140 6	0.140 7	0.140 6	0.140 6	0.140 5	0.140 5
2	0.494 6	0.494 1	0.494 9	0.495 1	0.495 5	0.494 3	0.494 6	0.494 4	0.494 8	0.494 7	0.494 7
3	0.716 6	0.716 2	0.717 0	0.716 6	0.715 9	0.716 3	0.716 2	0.716 5	0.716 2	0.716 4	0.716 4
4(S)	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
5	1.200 3	1.200 5	1.200 6	1.200 5	1.200 3	1.200 4	1.200 4	1.200 6	1.200 4	1.200 6	1.200 5
6	1.286 0	1.286 3	1.285 6	1.286 2	1.285 9	1.285 8	1.286 0	1.286 1	1.286 3	1.286 3	1.286 0
7	1.356 6	1.356 9	1.355 4	1.356 7	1.356 4	1.355 9	1.356 4	1.355 8	1.356 2	1.356 3	1.356 3
8	1.403 3	1.403 3	1.401 1	1.401 2	1.402 5	1.402 6	1.401 9	1.402 7	1.402 6	1.403 1	1.402 4
9	1.442 6	1.442 9	1.441 1	1.442 6	1.442 4	1.441 8	1.441 7	1.443 4	1.442 9	1.441 5	1.442 3
10	1.477 6	1.477 7	1.476 3	1.477 1	1.477 3	1.476 6	1.476 9	1.476 7	1.477 1	1.477 2	1.477 0
11	1.499 8	1.499 9	1.498 6	1.499 1	1.499 3	1.498 7	1.498 9	1.499 3	1.498 8	1.499 0	1.499 1
12	1.550 9	1.550 8	1.549 2	1.549 3	1.550 7	1.550 6	1.549 8	1.550 7	1.549 7	1.550 6	1.550 2
13	1.598 4	1.597 8	1.597 2	1.598 1	1.598 3	1.598 1	1.597 9	1.597 9	1.598 1	1.598 0	1.598 0
14	1.605 0	1.604 9	1.603 6	1.605 1	1.604 9	1.604 1	1.605 2	1.605 5	1.604 8	1.604 9	1.604 8
15	1.611 1	1.610 7	1.609 8	1.610 8	1.609 9	1.610 9	1.611 0	1.609 8	1.610 4	1.610 6	1.610 5
16	1.626 3	1.625 9	1.624 9	1.626 1	1.626 3	1.619 9	1.625 5	1.626 3	1.626 1	1.625 6	1.625 3
17	1.688 2	1.629 1	1.631 1	1.634 1	1.632 5	1.635 2	1.629 9	1.632 6	1.633 1	1.634 1	1.636 0
18	1.701 5	1.701 2	1.686 6	1.701 1	1.700 9	1.701 6	1.695 5	1.698 9	1.700 4	1.700 6	1.698 8
19	1.717 2	1.717 0	1.715 4	1.716 6	1.716 9	1.714 5	1.716 4	1.717 1	1.716 4	1.715 6	1.716 3
20	1.726 0	1.725 9	1.724 5	1.725 9	1.725 8	1.725 5	1.724 9	1.725 9	1.724 9	1.725 1	1.725 4
21	1.734 6	1.734 5	1.732 8	1.734 1	1.733 9	1.734 4	1.734 2	1.733 9	1.734 3	1.734 5	1.734 1
22	1.742 9	1.742 7	1.741 1	1.742 2	1.742 6	1.742 3	1.742 5	1.741 9	1.742 5	1.742 6	1.742 3
23	1.764 0	1.764 0	1.762 3	1.763 6	1.763 9	1.762 9	1.764 1	1.764 0	1.763 4	1.763 8	1.763 6
24	1.846 3	1.846 2	1.844 7	1.845 9	1.845 5	1.846 1	1.846 6	1.845 8	1.846 0	1.846 7	1.846 0
25	1.962 9	1.962 6	1.960 9	1.961 1	1.961 8	1.962 0	1.962 1	1.962 2	1.962 3	1.963 1	1.962 1
26	2.006 1	2.005 9	2.003 7	2.001 6	2.002 4	2.003 3	2.004 6	2.004 7	2.006 1	2.003 5	2.004 2
27	2.016 9	2.016 8	2.015 2	2.016 1	2.016 3	2.015 9	2.015 8	2.014 6	2.015 5	2.015 9	2.015 9
28	2.089 9	2.089 9	2.088 2	2.089 5	2.088 9	2.088 2	2.089 1	2.089 3	2.088 6	2.089 1	2.089 1
29	2.189 1	2.189 3	2.187 4	2.188 9	2.189 5	2.189 4	2.187 7	2.187 9	2.188 2	2.187 9	2.188 5

相(梯度洗脱)时,其洗脱能力强,所得色谱信息量大,分离度较好。因此,选择甲醇-0.3%磷酸溶液(梯度洗脱)作为流动相。本试验还考察了不同厂家和型号的色谱柱 Diamonsil C<sub>18</sub> (250 mm×4.6 mm, 5 μm)、ACE C<sub>18</sub> (250 mm×4.6 mm, 5 μm)、Agilent C<sub>18</sub> (250 mm×4.6 mm, 5 μm)<sup>[6-7]</sup>,结果,选用 Diamonsil C<sub>18</sub> (250 mm×4.6 mm, 5 μm)时,样品的分离效果较好。同时,本试验通过全波长检测发现,在260 nm波长处时各色谱峰比例适中,故选择以260 nm作为检测波长。

本试验通过对10批清痹颗粒的指纹图谱分析,标定了29个共有峰,且各共有峰匹配较好,相似度均>0.90,表明清痹颗粒各批质量稳定。结果提示,可利用本指纹图谱指导生产,以控制药材对成品的影响<sup>[8-10]</sup>,为清痹颗粒的鉴别和质量控制提供参考。

### 参考文献

- [1] 罗国安,王义明,曹进,等.中药指纹图谱理论和实际应用[J].临床药物治疗杂志,2006,4(6):6-8.
- [2] 叶刚,杨锐.一测多评法测定清泻丸中4种蒽醌类成分的含量[J].中药材,2014,37(7):1276-1278.
- [3] 洪盈盈,吴韶铭.复方鱼腥草片中黄芩苷的HPLC测定[J].中国医药工业杂志,2001,32(11):510-512.
- [4] 樊点莲,张涛.清泻丸中4种游离蒽醌含量的同步测定

# 苗药朱砂根的HPLC指纹图谱研究<sup>△</sup>

孙 绪<sup>1,2\*</sup>,姚成芬<sup>1,3</sup>,付思红<sup>1,3</sup>,巩仔鹏<sup>1</sup>,刘 亭<sup>1</sup>,杨 畅<sup>1</sup>,查 俊<sup>3</sup>,李勇军<sup>3#</sup>(1.贵州省药物制剂重点实验室,贵阳 550004;2.贵州医科大学药学院,贵阳 550004;3.民族药与中药开发应用教育部工程研究中心/国家苗药工程技术研究中心,贵阳 550004)

中图分类号 R284 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2017)30-4285-04

DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2017.30.29

**摘要** 目的:建立苗药朱砂根的高效液相色谱(HPLC)指纹图谱。方法:采用HPLC法。色谱柱为Diamonsil C<sub>18</sub>,流动相为甲醇-水(梯度洗脱),流速为1.0 mL/min,检测波长为220 nm,柱温为30 ℃,进样量为10 μL。以11-O-(3',4',5'-三羟基没食子酰基)-岩白菜素为参照,测定16批药材样品的HPLC图谱,采用《中药色谱指纹图谱相似度评价系统》(2012版)进行共有峰指认和相似度评价,并就指纹图谱进行聚类分析。结果:16批朱砂根药材的HPLC图谱有6个共有峰,其中8批药材样品的相似度均>0.9;16批朱砂根药材可聚为4类。结论:该研究所建指纹图谱可为朱砂根药材的鉴别和质量评价提供参考。

**关键词** 朱砂根;高效液相色谱法;指纹图谱;聚类分析

## Study on HPLC Fingerprint of Miao Medicine *Ardisia crenata*

SUN Xu<sup>1,2</sup>, YAO Chengfen<sup>1,3</sup>, FU Sihong<sup>1,3</sup>, GONG Zaipeng<sup>1</sup>, LIU Ting<sup>1</sup>, YANG Chang<sup>1</sup>, ZHA Jun<sup>3</sup>, LI Yongjun<sup>3</sup>(1. Guizhou Provincial Key Lab of Pharmaceutic Preparation, Guiyang 550004, China; 2. School of Pharmacy, Guizhou Medical University, Guiyang 550004, China; 3. Engineering Research Center for the Development and Application of Ethnic Medicine and TCM, Ministry of Education/National Engineering Research Center of Miao Medicines, Guiyang 550004, China)

**ABSTRACT** OBJECTIVE: To establish HPLC fingerprints of Miao medicine *Ardisia crenata*. METHODS: HPLC method was adopted. The determination was performed on Diamonsil C<sub>18</sub> column with mobile phase consists of methanol-water (gradient elution) at the flow rate of 1.0 mL/min. The detection wavelength was 220 nm, and column temperature was maintained at 30 ℃. The sample size was 10 μL. Using 11-O-(3',4',5'-three-o-galloylhyperin)-bergenin as reference, HPLC fingerprints of 16 batches of samples were determined. Common identification and similarity evaluation were performed by using TCM Chromatographic Fingerprint Similarity Evaluation Software (2012 edition). Cluster analysis of fingerprints was conducted. RESULTS: There were 6 common peaks in HPLC fingerprints of 16 batches of samples. The similarity among 8 batches was more than 0.9. The 16 batches of samples could be clustered into 4 categories. CONCLUSIONS: Established fingerprints can provide reference for identification and quality evaluation of *A. crenata*.

**KEYWORDS** *Ardisia crenata*; HPLC; Fingerprint; Cluster analysis

朱砂根又名八爪金龙,为紫金牛科植物朱砂根 *Ardisia crenata* Sims. 的干燥根及根茎,主要成分为三萜

皂苷、鞣质、糖类等<sup>[1]</sup>,具清热解毒、散瘀止痛、祛风除湿之功效,临床多用于咽喉肿痛、扁桃体炎、风湿骨痛等症

- [J]. 中国药物与临床, 2015, 15(9): 1353-1354.
- [5] 李继睿, 郭君, 刘松长. HPLC法测定中成药中黄芩苷的含量[J]. 浙江化工, 2007, 38(11): 26-28.
- [6] 詹雪艳, 林兆洲, 段天璇, 等. 色谱指纹图谱相似度方法的

- 适用性研究[J]. 中国中医药信息杂志, 2012, 19(5): 61-63.
- [7] 刘智, 王爱民, 许祖超, 等. 全天麻胶囊特征指纹图谱研究[J]. 中国实验方剂学杂志, 2012, 18(15): 86-88.
- [8] 崔小敏, 石会丽, 雷琨, 等. 愈银片的HPLC指纹图谱研究[J]. 中国药房, 2017, 28(3): 397-400.
- [9] 邱宏聪, 马军花, 陈露, 等. 复方金钱草颗粒的指纹图谱[J]. 中国实验方剂学杂志, 2016, 22(1): 36-39.
- [10] 牛小花, 陈洪源. 清喉利咽颗粒的UPLC指纹图谱建立及主成分分析[J]. 中国药房, 2017, 28(6): 826-830.

△基金项目:贵州省科技计划项目(No.黔科合平台人才[2016]5613、5677);贵州省教育厅项目(No.黔教合协同创新字[2013]04、黔科合KY字[2013]122、黔教研合ZYRC字[2014]012);贵州省优秀青年科技人才培养对象专项(No.黔科合人字[2015]11号)

\*硕士研究生。研究方向:中药药效物质基础及质量控制。电话:0851-86908468。E-mail: 928763710@qq.com

#通信作者:教授。研究方向:天然产物活性。电话:0851-86908468。E-mail: liyongjun026@126.com

(收稿日期:2017-03-17 修回日期:2017-06-13)  
(编辑:张 静)