

UPLC-Q-TOF-MS 法分析苗药黑骨藤提取物中的化学成分^Δ

覃小丽^{1,2*}, 陈浩², 李奎², 黄勇¹, 巩仔鹏¹, 李月婷¹, 李勇军³, 郑林^{1#} (1. 贵州医科大学贵州省药物制剂重点实验室/药用植物功效与利用国家重点实验室, 贵阳 550004; 2. 贵州医科大学药学院, 贵阳 550004; 3. 贵州医科大学民族药与中药开发应用教育部工程研究中心, 贵阳 550004)

中图分类号 R917 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2018)21-2949-05

DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2018.21.16

摘要 目的: 建立黑骨藤提取物中化学成分的分析方法, 为进一步阐明黑骨藤药效物质基础提供参考。方法: 以 70% 乙醇为溶剂制备黑骨藤提取物。采用超高效液相色谱-四级杆-飞行时间质谱联用技术(UPLC-Q-TOF-MS)对提取物进行成分分析, 色谱柱为 Agilent Eclipse Plus C₁₈, 流动相为 0.1% 甲酸水-0.1% 甲酸乙腈(梯度洗脱), 流速为 0.25 mL/min; 采用电喷雾离子源, 在负离子扫描模式下检测。通过碎片离子信息、相关文献以及对照品比对, 确定黑骨藤提取物中的化学成分。结果: 在黑骨藤提取物中共分离出了 23 个化合物, 并确定了 9 个化合物。其中, 5、8、9、16、17、18、22、23 号峰通过与对照品比对分别确定为 5-*O*-咖啡酰基奎宁酸、3-*O*-咖啡酰基奎宁酸、4-*O*-咖啡酰基奎宁酸、3, 4-*O*-二咖啡酰基奎宁酸、3, 5-*O*-二咖啡酰基奎宁酸、4, 5-*O*-二咖啡酰基奎宁酸、杠柳毒苷、杠柳苷元; 13 号峰通过碎片离子和文献比对推断为 (1*S*, 3*R*, 4*R*, 5*R*)-3-[(2*E*)-3-(3, 4-dihydroxyphenyl)-2-propenoyl]oxy}-1, 5-dihydroxy-4-[(2*E*)-3-(4-hydroxy-3, 5-dimethoxyphenyl)-2-propenoyl]oxy}cyclohexanecarboxylic acid。结论: 建立的 UPLC-Q-TOF-MS 法可以快速、高效、准确地分析黑骨藤提取物中的化学成分。

关键词 苗药; 黑骨藤; 超高效液相色谱-四级杆-飞行时间质谱联用技术; 化学成分

Analysis of Chemical Compositions in Miao Medicine *Periploca forrestii* Extract by UPLC-Q-TOF-MS

QIN Xiaoli^{1,2}, CHEN Hao², LI Kui², HUANG Yong¹, GONG Zipeng¹, LI Yueying¹, LI Yongjun³, ZHENG Lin¹ (1. Guizhou Provincial Key Laboratory of Pharmaceutics/State Key Laboratory of Functions and Applications of Medicinal Plants, Guizhou Medical University, 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, Guizhou Medical University, Guiyang 550004, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To establish a method for the analysis of chemical compositions in *Periploca forrestii* extract, and to provide reference for further elucidating the chemical basis of the *P. forrestii*. METHODS: 70% ethanol was used to prepare *P. forrestii* extract. UPLC-Q-TOF-MS was adopted to analyze the chemical compositions of the extract. The determination was performed on an Agilent Eclipse Plus C₁₈ column with mobile phase consisted of 0.1% formic acid water-0.1% formic acid acetonitrile (gradient elution) at the flow rate of 0.25 mL/min. ESI source was applied to analyze the chemical composition of *P. forrestii* extract in negative scanning ion mode. The chemical constituents of *P. forrestii* extract were confirmed by the fragment ion information, related literature and standard control comparison. RESULTS: Totally 23 compounds were separated from *P. forrestii* extract, and 9 compounds were indentified. The peaks of 5, 8, 9, 16, 17, 18, 22 and 23 were identified as 5-*O*-caffeoylquinic acid, 3-*O*-caffeoylquinic acid, 4-*O*-caffeoylquinic acid, 3, 4-*O*-dicaffeoylquinic acid, 3, 5-*O*-dicaffeoylquinic acid, 4, 5-*O*-dicaffeoylquinic acid, glucoperiplocymarin and periplogenin by comparison with standard control. The peak of 13 was deduced as (1*S*, 3*R*, 4*R*, 5*R*)-3-[(2*E*)-3-(3, 4-dihydroxyphenyl)-2-propenoyl]oxy}-1, 5-dihydroxy-4-[(2*E*)-3-(4-hydroxy-3, 5-dimethoxyphenyl)-2-propenoyl]oxy}cyclohexanecarboxylic acid by comparison with fragment ion information and related literature. CONCLUSIONS: The established UPLC-Q-TOF-MS method can be used for the rapid, efficient and accurate analysis of the chemical constituents in *P. forrestii* extract.

Δ 基金项目: 国家自然科学基金资助项目(No.81660691、81460641); 贵州省科技计划项目(No.黔科合平台人才[2017]5601、黔科合平台人才[2016]5613、黔科合平台人才[2016]5677); 贵州省大学生创新创业训练计划项目(No.2018520335)

* 硕士研究生。研究方向: 活性物质基础与药物新剂型。电话: 0851-86908468。E-mail: 2806247283@qq.com

通信作者: 教授, 博士。研究方向: 中药药效物质基础及质量控制。电话: 0851-86908468。E-mail: mailofzl@126.com

KEYWORDS Miao medicine; *Periploca forrestii*; UPLC-Q-TOF-MS; Chemical composition

黑骨藤为萝藦科杠柳属植物黑龙骨(*Periploca forrestii* Schltr.)的干燥根或全株, 收载于《贵州省中药材、民族药材质量标准》(2003年版)中^[1], 是贵苗族常用药, 具有通经、活血和祛风等功效, 并且对风湿、类风湿疾

病所引起的软组织无菌性炎症亦有较强的消肿止痛作用^[2-3]。黑骨藤植物中含有多种化学成分,主要是强心苷类、C21甾类、三萜类、萜醌类、黄酮类、苯丙素类等^[4-6]。本课题组前期对黑骨藤化学成分进行了研究,首次从中分离鉴定出了3-*O*-咖啡酰基奎宁酸、4-*O*-咖啡酰基奎宁酸、5-*O*-咖啡酰基奎宁酸等咖啡酰基奎宁酸类化合物^[7]以及杠柳苷元、滇杠柳苷元A等强心苷类化合物^[7-8]。但多局限在单一成分的分离及单一成分质谱鉴定方面,尚未建立一种快速分析黑骨藤中多种成分的液质联用方法。

近年来,超高效液相色谱-四级杆-飞行时间质谱联用技术(UPLC-Q-TOF-MS)已在中药研究方面广泛应用,可在缺少对照品的情况下对成分进行结构预测分析,具有高效、快速且灵敏度高的特点。因此,本研究拟采用UPLC-Q-TOF-MS技术对黑骨藤提取物中化学成分同时进行快速分析,根据色谱峰在质谱中的精确相对分子质量、碎片离子信息、质谱裂解规律和色谱保留规律,并结合对照品的质谱信息和参考文献,鉴定化合物结构,为黑骨藤成分鉴定提供一种快速、简便、可靠的手段,进而为黑骨藤药效物质基础、质量评价、药动学及作用机制方面的研究提供参考。

1 材料

1.1 仪器

UPLC-Q-TOF-MS系统(包括二元泵、在线脱气机、自动进样器、色谱柱恒温箱、Bruker MicroTOF-Q II高分辨质谱仪等)购自美国安捷伦公司;Allegra 64R台式高速冷冻离心机(美国贝克曼库尔特公司);EI204万分之一电子天平[梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司];超纯水机(四川沃特科技发展有限公司)。

1.2 药品与试剂

黑骨藤药材购于贵州贵阳市万东桥中药材市场(批号:20170910),经贵州医科大学药学院生药学教研室龙庆德副教授鉴定为萝藦科杠柳属植物黑龙骨(*Periploca forrestii* Schltr.)的干燥根和茎;杠柳毒苷、3-*O*-咖啡酰基奎宁酸对照品(中国食品药品检定研究院,批号:111793-200901、110753-201415,纯度:均 $\geq 98\%$);5-*O*-咖啡酰基奎宁酸、4-*O*-咖啡酰基奎宁酸、3,4-*O*-二咖啡酰基奎宁酸、3,5-*O*-二咖啡酰基奎宁酸、4,5-*O*-二咖啡酰基奎宁酸对照品(四川省维克奇生物科技有限公司,批号:AB7050442、AB7061002、wkq17060705、wkq17092212、wkq17120111,纯度:均 $\geq 98\%$);杠柳苷元对照品(贵州医科大学贵州省药物制剂重点实验室自制,批号:20160511,纯度: $\geq 98\%$);甲醇、乙腈为色谱纯,水为蒸馏水,其余试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱:Agilent Eclipse Plus C₁₈(100 mm \times 2.1 mm,

1.8 μ m);流动相:0.1%甲酸水(A)-0.1%甲酸乙腈(B)(梯度洗脱程序见表1);流速:0.25 mL/min;柱温:40 $^{\circ}$ C;进样体积:1 μ L。

表1 梯度洗脱程序

Tab 1 Gradient elution procedure

时间,min	流动相A,%	流动相B,%
0	95	5
1	92	8
2	90	10
8	85	15
14	72	28
16	10	90
17	10	90
18	95	5

2.2 质谱条件

离子源:电喷雾离子源(ESI),扫描方式:负离子模式,扫描范围:质荷比(*m/z*)100~1 000;毛细管电压:4.5 kV;锥孔电压:150 V;离子源温度:110 $^{\circ}$ C;雾化气:N₂,雾化压力:0.12 MPa,雾化气温度:200 $^{\circ}$ C;干燥气流速:8.0 mL/min;准确质量测定采用甲酸钠校正标准液;采用Data Analysis、Metabolite Detect软件进行数据分析。

2.3 标准品溶液的制备

分别精密称取3-*O*-咖啡酰基奎宁酸、5-*O*-咖啡酰基奎宁酸、4-*O*-咖啡酰基奎宁酸、3,4-*O*-二咖啡酰基奎宁酸、3,5-*O*-二咖啡酰基奎宁酸、4,5-*O*-二咖啡酰基奎宁酸、杠柳毒苷、杠柳苷元对照品适量,置于不同10 mL量瓶中,加甲醇溶解,定容,分别得到3-*O*-咖啡酰基奎宁酸(1.110 g/L)、5-*O*-咖啡酰基奎宁酸(1.032 g/L)、4-*O*-咖啡酰基奎宁酸(1.026 g/L)、3,4-*O*-二咖啡酰基奎宁酸(1.032 g/L)、3,5-*O*-二咖啡酰基奎宁酸(1.038 g/L)、4,5-*O*-二咖啡酰基奎宁酸(1.204 g/L)、杠柳毒苷(1.058 g/L)、杠柳苷元(0.515 g/L)的单一标准品溶液,置于-20 $^{\circ}$ C冰箱中保存,备用。

2.4 黑骨藤提取物的制备

称取黑骨藤药材120 g,70%乙醇浸泡30 min,加10倍量70%乙醇提取3次,提取时间分别为1.5、1、1 h,过滤,合并3次滤液,浓缩溶液,45 $^{\circ}$ C真空干燥,得黑骨藤提取物,干燥器中保存,备用。称取黑骨藤提取物约1.0 g,置于25 mL量瓶中,加入20 mL的50%甲醇溶液溶解,超声(频率40 kHz,功率300 W)10 min,摇匀,用50%甲醇溶液定容至25 mL,然后于冷冻高速离心机中以12 000 r/min离心10 min,收集上清液,即得。

2.5 化学成分的分析

取“2.4”项下黑骨藤提取物和“2.3”项下各标准品溶液进样分析,采用Data Analysis软件分析各成分峰的碎片离子信息,结合相关文献^[7,9]以及标准品对照进行化学成分确认。黑骨藤提取物的总离子流图见图1,黑骨藤提取物中鉴定成分与对照品的质谱图见图2、化学成分信息见表2。

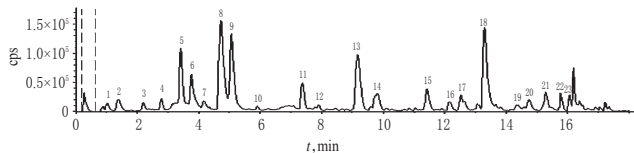
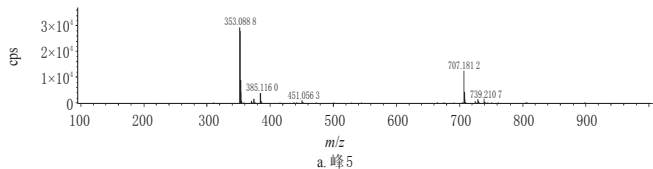


图1 黑骨藤提取物的总离子流图
Fig 1 TIC of *P. forrestii* extract

鉴定成分:



对照品:

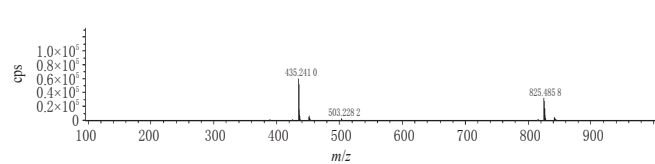
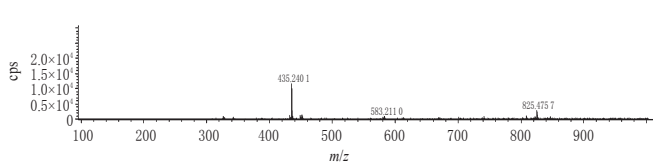
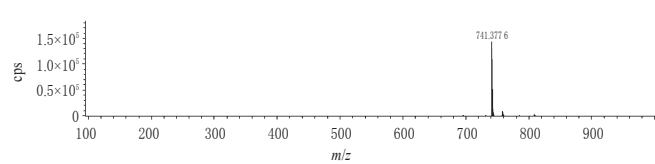
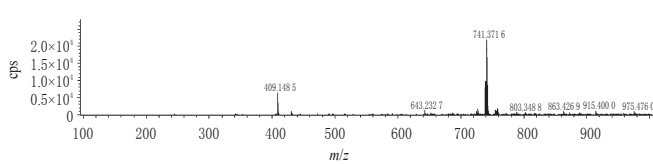
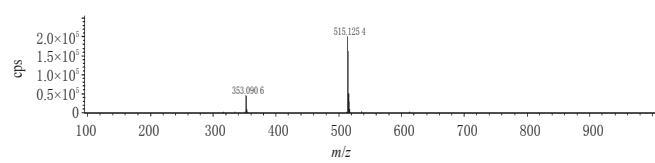
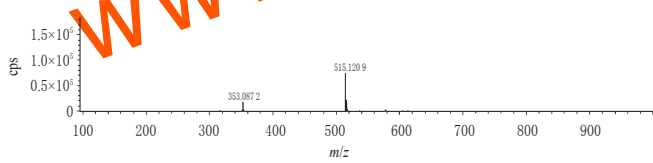
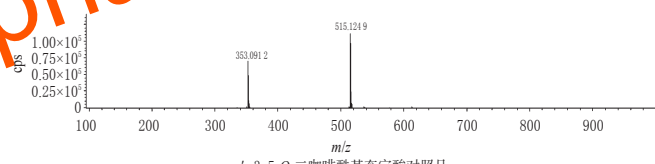
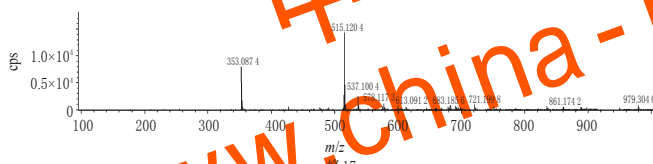
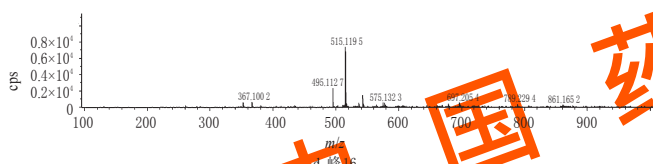
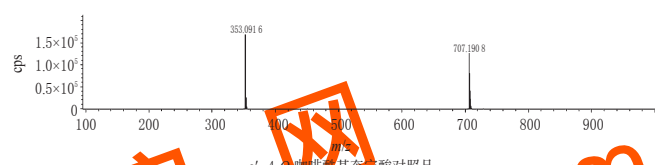
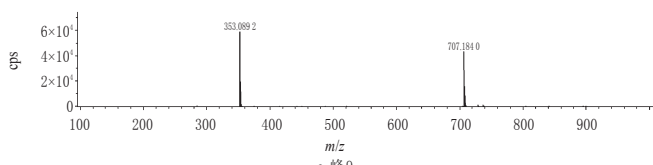
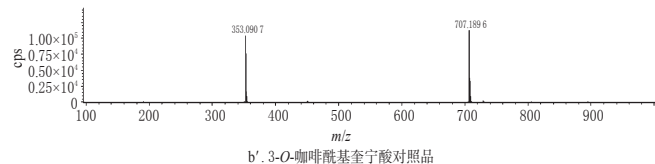
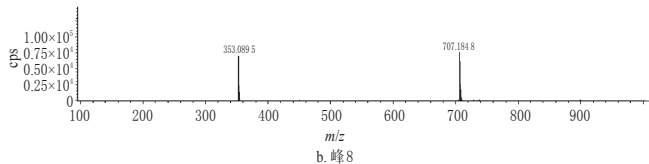
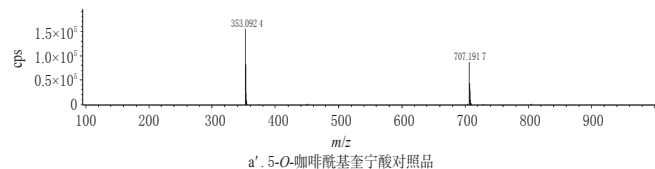


图2 黑骨藤提取物中鉴定成分和对照品的质谱图

Fig 2 MS spectrum of identification compositions of *P. forrestii* extract and substance control

由图1显示,从黑骨藤提取物中共分离出了23个化合物。通过与对照品的保留时间和质谱图比对,确定5、8、9、16、17、18、22、23号峰分别为5-O-咖啡酰基奎宁酸、3-O-咖啡酰基奎宁酸、4-O-咖啡酰基奎宁酸、3,4-O-二咖啡酰基奎宁酸、3,5-O-二咖啡酰基奎宁酸、4,5-O-二咖啡酰基奎宁酸、杠柳毒苷和杠柳苷元。13号峰的保留时间

表2 黑骨藤提取物中化学成分信息

Tab 2 Chemical compositions of *P. forrestii* extract

峰号	保留时间, min	分子式	离子模式	[M-H] ⁻	误差, ppm	主要碎片离子	化合物
1	1.0	C ₁₆ H ₁₀ O ₅	[M-H] ⁻	377.084 9	7.7	341.106 7, 267.072 4, 215.033 5	未知
2	1.4	C ₁₆ H ₁₀ O ₇	[M-H] ⁻	241.039 0	-15.2	227.024 9, 209.013 2	未知
3	2.2	C ₁₆ H ₁₀ O ₈	[M-H] ⁻	371.098 9	-1.3	353.088 6, 339.151 2, 295.098 8	未知
4	2.8	C ₁₅ H ₁₀ O ₄	[M-H] ⁻	315.071 3	2.9	263.111 1, 216.912 2	未知
5*	3.4	C ₁₆ H ₁₀ O ₄	[M-H] ⁻	353.088 8	-2.8	707.185 5, 191.055 9	5-O-咖啡酰基奎宁酸
6	3.8	C ₁₂ H ₁₀ O ₈	[M-H] ⁻	705.169 4	-3.0	385.114 2, 353.089 1, 287.075 8	未知
7	4.2	C ₁₂ H ₁₀ O ₈	[M-H] ⁻	705.168 9	-2.4	443.190 9, 385.104 2, 353.085 9	未知
8*	4.7	C ₁₆ H ₁₀ O ₄	[M-H] ⁻	353.089 5	-4.7	707.185 3, 191.057 7	3-O-咖啡酰基奎宁酸
9*	5.1	C ₁₆ H ₁₀ O ₄	[M-H] ⁻	353.089 2	-4.0	707.185 5, 191.058 2	4-O-咖啡酰基奎宁酸
10	5.9	C ₂₇ H ₁₈ O ₃	[M-H] ⁻	385.084 7	6.0	353.087 7, 223.056 6, 129.359 4	未知
11	7.4	C ₂₅ H ₁₄ O ₅	[M-H] ⁻	547.167 2	-0.6	489.162 2, 437.200 1, 295.071 1	未知
12	7.9	C ₁₆ H ₁₀ O ₁₁	[M-H] ⁻	437.202 7	0.3	385.112 7, 325.091 7, 265.072 9	未知
13	9.1	C ₂₇ H ₁₈ O ₃	[M-H] ⁻	559.147 6	-3.4	515.174 0, 385.115 1, 353.087 6	(1 <i>S</i> , 3 <i>R</i> , 4 <i>R</i> , 5 <i>R</i>)-3-(((2 <i>E</i>)-3-(3, 4-dihydroxyphenyl)-2-propenoyl)oxy)-1, 5-dihydroxy-4-(((2 <i>E</i>)-3-(4-hydroxy-3, 5-dimethoxyphenyl)-2-propenoyl)oxy)cyclohexanecarboxylic acid
14	9.8	C ₂₆ H ₁₂ O ₈	[M-H] ⁻	529.137 1	-3.7	423.071 9, 353.087 7, 335.078 5	未知
15	11.4	C ₂₆ H ₁₂ O ₁₂	[M-H] ⁻	575.120 3	-1.5	467.214 5, 423.070 0, 285.038 4	未知
16*	12.1	C ₂₅ H ₁₂ O ₁₂	[M-H] ⁻	515.120 8	-2.5	495.115 7, 381.116 8, 353.084 4	3, 4-O-二咖啡酰基奎宁酸
17*	12.5	C ₂₅ H ₁₂ O ₁₂	[M-H] ⁻	515.120 4	-1.8	355.088 1, 353.087 5, 255.078 3	3, 5-O-二咖啡酰基奎宁酸
18*	13.3	C ₂₅ H ₁₂ O ₁₂	[M-H] ⁻	515.120 9	-2.8	353.087 1, 255.070 4, 173.102 3	4, 5-O-二咖啡酰基奎宁酸
19	14.4	C ₂₆ H ₁₂ O ₈	[M-H] ⁻	629.211 4	-4.2	559.147 4, 515.119 0, 397.111 3	未知
20	14.8	C ₂₇ H ₁₂ O ₈	[M-H] ⁻	559.149 3	0.7	529.227 9, 397.113 1, 353.088 0	未知
21	15.3	C ₁₆ H ₁₀ O ₁₁	[M-H] ⁻	573.237 9	-6.5	489.142 0, 467.182 0, 343.215 5	未知
22*	15.8	C ₁₇ H ₁₀ O ₁₃	[M+HCOO] ⁻	741.371 6	-1.8	695.352 0, 533.255 6, 489.265 6	杠柳毒苷
23*	16.0	C ₁₇ H ₁₀ O ₇	[M+HCOO] ⁻	435.240 1	-2.9	389.234 6, 248.962 5, 179.247 3	杠柳苷元

注：“*”表示与对照品对比后确认

Note: “*” means confirmed by comparison with standard control

为9.1 min,用Data Analysis软件对该化合物进行预测,在负离子模式下得到准分子离子峰为[M-H]⁻ *m/z* 559.147 6(score 100,误差[ppm]-3.4),失去1分子芥子酸得到碎片离子为[M-C₁₁H₁₂O₅+H₂O-H]⁻ *m/z* 353,再结合相关文献^[10],推测其为(1*S*, 3*R*, 4*R*, 5*R*)-3-(((2*E*)-3-(3, 4-dihydroxyphenyl)-2-propenoyl)oxy)-1, 5-dihydroxy-4-(((2*E*)-3-(4-hydroxy-3, 5-dimethoxyphenyl)-2-propenoyl)oxy)cyclohexanecarboxylic acid.

3 讨论

中药体系的分析一直是分析领域的热点和难点,也是中药现代化的瓶颈之一,而中药药物化学成分的分析 and 验证是整个药效物质基础研究的重要环节和基础^[11]。UPLC-Q-TOF-MS与其他方法相比,由于其离子传输效率高、重现性高、灵敏度高、错误率低等优点,在复杂中药体系的分析中具有明显优势^[12]。在前期研究中,笔者对色谱条件进行了筛选,先分别以甲醇-水、乙腈-水等流动相体系进行液质分离,结果发现黑骨藤提取物中化学成分分离效果不理想。随后,笔者考虑在流动相中入适当的酸维持样品在流动相中的电离状态,从而有助于样品中物质的分离,而甲酸易于挥发且一般色谱柱在酸性流动相中较耐受,所以选用0.1%甲酸水-0.1%甲酸甲醇、0.1%甲酸水-0.1%甲酸乙腈等流动相体系进行分离,结果发现使用0.1%甲酸水-0.1%甲酸乙腈的流动相后基线更加平稳、峰形更加尖锐、分离度也较好,且这些

化学成分的出现时间均较短。

在提取物的制备上,笔者通过查阅相关文献^[7],综合考虑选用水和30%、50%、70%、95%乙醇等溶剂进行黑骨藤药材提取,为了使药材中的有效成分充分地被检测出,为黑骨藤的质量控制和药动学等研究提供参考,因此以色谱图中峰的信息量、药材中各色谱峰的单位质量峰面积最大化原则,选择提取率相对较高的提取溶剂。结果表明,采用70%、95%乙醇为溶剂时,所得色谱图中的峰数和丰度均优于以水、30%乙醇、50%乙醇为溶剂时的结果,而以70%、95%乙醇为提取溶剂时,色谱图无明显差异,但95%乙醇浓度更高,从经济和实验安全性等方面综合考虑,最终选用70%乙醇为黑骨藤的提取溶剂。

本研究从黑骨藤提取物中分离出了23个化合物,共鉴定出了8个化合物,多数为单咖啡酰基奎宁酸类和二咖啡酰基奎宁酸类等化学成分,这些成分具有明显的抗菌、抗病毒、抗炎、清除自由基、降血糖、降血脂等作用^[13]。本课题组前期对黑骨藤提取物的药效进行筛选,发现其中的咖啡酰基奎宁酸类化合物具有抗类风湿性关节炎的活性^[14]。由此可见,鉴定出的化合物可能是黑骨藤治疗类风湿性关节炎的药效物质,但对黑骨藤的化学成分及药效物质基础有待进一步和更深层次的研究。

参考文献

- [1] 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,2003:381.

蒙药蓝盆花乙醇提取物的血清药物化学研究^Δ

马飞翔*, 薛培凤#, 韩盟帝, 王媛媛(内蒙古医科大学药学院, 呼和浩特 010110)

中图分类号 R285.5 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2018)21-2953-05

DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2018.21.17

摘要 目的:初步探讨蒙药蓝盆花乙醇提取物在大鼠体内的血中移行成分,为阐明该药的药效物质基础提供参考。方法:将10只大鼠随机分成给药组(以生药量计为0.3 g/100 g)和空白组(0.5%羧甲基纤维素钠溶液),每组5只,灌胃给药,给药量均为2 mL/100 g,早、晚8:00各给药1次,连续给药3 d。末次给药30 min后,肝门静脉取血,经有机溶剂沉淀法分别制得含药血清和空白血清样品。以蓝盆花原药材为对照,采用超高效液相色谱-串联质谱法进行测定,通过比较3种样品的化学成分差异,再结合化合物对照品和文献数据,鉴定蓝盆花乙醇提取物灌胃后大鼠体内的血中移行成分。结果:共发现了39个血中移行成分,其中原型成分17个、代谢成分22个,原型成分主要为黄酮类及苯丙酸类,在大鼠体内多发生甲基化、硫酸化与葡萄糖醛酸化等反应。结论:初步确定了大鼠灌胃蓝盆花乙醇提取物后的入血成分,为该药材进一步的体内代谢研究奠定了基础。

关键词 蓝盆花;血清药物化学;超高效液相色谱-串联质谱法;血中移行成分;大鼠

Study on Serum Pharmacochimistry of Ethanol Extract from Mongolia Medicine *Scabiosa comosa*

MA Feixiang, XUE Peifeng, HAN Mengdi, WANG Yuanyuan (School of Pharmacy, Inner Mongolia Medical University, Hohhot 010110, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To preliminarily investigate the constituents absorbed into the blood of ethanol extract from Mongolia medicine *Scabiosa comosa* in rats, and to provide reference for clarifying the effective substance basis of the medicine. METHODS: Ten rats were randomly divided into administration group (0.3 g/100 g by crude drug) and blank group (0.5% CMC-Na solution), with 5 rats in each group. They were given relevant medicine intragastrically 2 mL/100 g, at 8:00 morning and evening, for consecutive 3 d. 30 min after last administration, blood samples were collected from hepatic portal vein. The containing serum samples and blank serum samples were prepared by organic solvent precipitation. UPLC-MS/MS method was adopted by using *S. comosa* as control. Through comparing chemical components of 3 kinds of samples, constituents of ethanol extract from *S. comosa* in rats after intragastric administration were identified on the basis of compound control and literature data. RESULTS: Totally 39 constituents absorbed into blood were found, of which 17 were prototype components and 22 related metabolites. The prototype components were mainly flavonoids and phenylpropionic acid. Methylation, sulfation and glucose

- [2] 陈芳,汪毅.苗药黑骨藤的研究及开发应用[J].中国民族民间医药,2009,19(1):6-7.
- [3] 国家中医药管理局《中华本草》编委会.中华本草·苗药卷[M].贵阳:贵州科技出版社,2005:526-527.
- [4] 张援虎,杨亚婷,陈东林,等.黑龙骨化学成分的研究[J].中草药,2006,37(3):345-347.
- [5] 胡英杰,木全章.滇杠柳的化学成分[J].云南植物研究,1989,11(4):465-470.
- [6] 甘秀海,周欣,赵超,等.黑骨藤化学成分的研究[J].中草药,2009,40(5):708-710.
- [7] 赵珊,张宝,熊丹丹,等.苗药黑骨藤的化学成分研究[J].中草药,2017,48(8):1513-1518.
- [8] 刘育辰,金文渊,刘刚,等.苗药黑骨藤石油醚部位化学成分研究[J].中药材,2018,41(7):1623-1626.
- [9] 王芦笛,杨维,李鹏飞,等.香加皮的化学成分及主要毒性研究进展[J].国际药学研究杂志,2016,43(6):1067-1075.
- [10] NISHIZAWA M, IZUHARA R, KANEKO K, et al. 5-Lipoxygenase inhibitors isolated from gardeniae fructus[J]. *Chem Pharm Bull(Tokyo)*, 1988, 36(1):87-95.
- [11] 彭耀文,申兰慧,王丽,等.液相色谱-四级杆-飞行时间质谱联用技术在药物分析中的应用[J].中南药学,2015,13(9):962-965.
- [12] 夏爱军,李玲,董昕,等. UPLC-Q-TOF-MS技术应用于中药旱莲草化学成分研究[J].解放军药学学报,2012,28(5):404-407.
- [13] 巩仔鹏,熊荻菲菲,李梅,等.羊耳菊有效组分化学成分分析[J].安徽农业科学,2017,45(29):131-133,152.
- [14] 王霞,杨建,宋菲,等.苗药黑骨藤中咖啡酰基奎宁酸类部位对人类风湿性关节炎成纤维样滑膜细胞MH7A增殖及炎症因子分泌的影响[J].中国药房,2017,28(28):3949-3951.

Δ 基金项目:内蒙古自治区自然科学基金资助项目(No.2015MS0823);内蒙古自治区“草原英才”工程项目(No.内组通字[2014]27号)

* 实验员,硕士。研究方向:中蒙药药效物质基础及新药研发。电话:0471-66531786。E-mail:15047830235@126.com

通信作者:教授,博士。研究方向:中蒙药药效物质基础及质量控制。电话:0471-66531746。E-mail:xpfdc@vip.sina.com

(收稿日期:2018-04-23 修回日期:2018-08-31)

(编辑:林静)