

LC-MS/MS同时测定鸡矢藤提取物中4个主要有效成分的含量

谢艳香¹, 姜二岗¹, 戴天明^{1,2}, 戴仁科^{1*}

(1. 华南理工大学 生物科学与工程学院, 广州 510000;
2. 中山珐玛斯医药科技有限公司, 广东 中山 528400)

[摘要] **目的:**建立运用液相色谱-串联质谱法(LC-MS/MS)同时测定鸡矢藤提取物中4个主要有效成分(鸡矢藤苷酸、鸡矢藤苷、鸡矢藤苷酸甲酯、车叶草苷)含量的分析方法。**方法:**采用 Venusil MP C₁₈ 色谱柱(2.10 mm × 50 mm, 5 μm),以甲醇(A)-水(B)为流动相进行梯度洗脱(0~0.3 min, 10% A; 0.3~0.8 min, 10%~95% A; 0.8~3.0 min, 95% A; 3.0~3.2 min, 95%~10% A; 3.2~4.5 min, 10% A),流速 0.35 mL·min⁻¹,柱温为室温,进样量 10 μL。采用电喷雾离子源(ESI),正离子模式下多反应监测扫描(MRM),通过优化三重四级杆的质谱仪参数以及4个化合物相关的质谱参数,进行检测和定量分析。**结果:**通过仪器精密性、线性范围、重复性、稳定性、加样回收率等方法学验证,发现其结果均符合定量分析的相关标准。鸡矢藤苷酸、鸡矢藤苷、鸡矢藤苷酸甲酯、车叶草苷在测定浓度范围内均具有良好的线性关系($r \geq 0.9947$);平均加样回收率($n=6$) 在 90.8%~112.1%,RSD 均 ≤ 5.1%。**结论:**该方法简便、快速、准确、可靠,可用于鸡矢藤提取物中4种主要有效成分的含量测定。

[关键词] 鸡矢藤苷酸; 鸡矢藤苷; 鸡矢藤苷酸甲酯; 车叶草苷; 鸡矢藤提取物; 含量测定; 液质联用

[中图分类号] R284.1;R282.6;R22;R931.7 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2018)18-0057-06

[doi] 10.13422/j.cnki.syfjx.20181419

[网络出版地址] <http://kns.cnki.net/kcms/detail/11.3495.R.20180425.1416.006.html>

[网络出版时间] 2018-04-26 16:17

Simultaneous Determination of Four Main Effective Components in *Paederia scandens* Extracts by LC-MS/MS

XIE Yan-xiang¹, JIANG Er-gang¹, DAI Tian-ming^{1,2}, DAI Ren-ke^{1*}

(1. *Biology and Biological Engineering School, South China University of Technology, Guangzhou 510000, China*; 2. *Zhongshan Pharmass Corporation, Zhongshan 528400, China*)

[Abstract] **Objective:** To establish an LC-MS/MS method for simultaneous determination of the four effective components (paederosidic acid, paederoside, paederosidic acid methyl ester, and asperuloside) in *Paederia scandens* extracts. **Method:** A Venusil MP C₁₈ column (2.10 mm × 50 mm, 5 μm) was used, with methanol (A)-water (B) as the mobile phase for gradient elution (0-0.3 min, 10% A; 0.3-0.8 min, 10%-95% A; 0.8-3.0 min, 95% A; 3.0-3.2 min, 95%-10% A; 3.2-4.5 min, 10% A). The flow rate was 0.35 mL·min⁻¹, the column temperature was room temperature, and the injection volume was 10 μL. Electrospray ionization (ESI) source was used. Quantization was performed using multiple reaction monitoring (MRM) mode and positive ionization condition. Mass spectrometric parameters of spectrometer and 4 effective components were optimized for testing and quantitative analysis. **Result:** Based on the instrument precision, linear range, repeatability, stability, recovery and other methodological validations, the results were in conformity with relevant standards of quantitative analysis. The calibration curves of paederosidic acid, paederosidic, methyl

[收稿日期] 20171126(009)

[基金项目] 广东省科技计划项目(2013A022100019)

[第一作者] 谢艳香,在读硕士,从事药代动力学研究,Tel:0760-87802164,E-mail:yx1187756665@163.com

[通信作者] *戴仁科,博士,教授,从事代谢组学及药代动力学研究,Tel:0760-87802162,E-mail:renke_dai@126.com

paederoside and asperuloside showed a good linearity ($r \geq 0.9947$). The average recoveries of these four components were 90.8% -112.1%, with RSDs ($n = 6$) of no more than 5.1%. **Conclusion:** The method is simple, rapid, accurate and reliable, and suitable for the quantitative analysis of four effective components in the extract of *P. scandens*.

[**Key words**] paederosidic acid; paederoside; paederosidic acid methyl ester; asperuloside; paederia scandens extracts; content determination; LC-MS/MS

鸡矢藤是茜草科鸡矢藤属的一种攀缘性藤本植物,广泛分布于中国、美国、日本、印度和菲律宾等国家。可治疗痢疾、食积腹胀、跌打损伤、胸痛、牙痛、痔疮、风湿性关节炎、脾脏炎症等疾患且具有显著的效果^[1-2]。研究显示,从鸡矢藤中可分离出大量的环烯醚萜苷类^[3],该类化合物具有多种生物活性,如保肝、抗肿瘤、抗病毒、抗炎症、抗疼痛等,被广泛认为是鸡矢藤中的主要药理活性成分^[4]。其中,鸡矢藤苷酸、鸡矢藤苷、鸡矢藤苷酸甲酯、车叶草苷等化合物是鸡矢藤环烯醚萜苷类化合物中主要的有效成分^[5-7]。

目前,已有报道通过 HPLC 对鸡矢藤环烯醚萜苷类化合物中几个有效成分进行了含量测定,如 WANG 等^[8]用 HPLC 对中国不同省份产的鸡矢藤药材中鸡矢藤苷、鸡矢藤苷酸、鸡矢藤苷酸甲酯进行了含量的测定,其中鸡矢藤苷酸、鸡矢藤苷、鸡矢藤苷酸甲酯的质量分数分别为 3 ~ 16, 0.1 ~ 2, 0.2 ~ 7 mg·g⁻¹; WU 等^[9]用 HPLC 测定了鸡矢藤药材中鸡矢藤苷的质量分数为 4.5 mg·g⁻¹。然而,通过高效液相色谱联用质谱法同时测定鸡矢藤中多成分的含量未见报道。液相色谱-串联质谱技术(LC-MS/MS)能在样品不进行复杂处理过程中实现成分的快速分离和在线监测,具有简单快速、灵敏度高、专一性强和准确度高的特点,其检测限可低至 pg 级^[10-12]。对于组成复杂的微量成分的定量具有明显的优势,因此在天然药物成分含量测定中广泛应用^[13-14]。本研究首次采用 LC-MS/MS 成功建立了同时测定鸡矢藤提取物中鸡矢藤苷酸、鸡矢藤苷、鸡矢藤苷酸甲酯、车叶草苷的方法学并对这 4 种主要有效成分进行了含量的测定,该结果基本与先前研究的结果一致,但该方法相比 HPLC 更加简便、快速、准确和灵敏,可成功用于鸡矢藤提取物中 4 种主要有效成分的含量测定。本研究可为鸡矢藤中环烯醚萜苷类化合物的药理和药效研究提供参考和指导。

1 材料

4000Q-Trap 型质谱仪和 Analyst1.5.2 型质谱数

据处理软件,API4000 Q-Trop 型检测器(美国 AB Sciex); Nanospace 型高效液相色谱仪,包括 S1-23301 型二元泵, S1-23202 型在线脱气机, S1-23133 型多用途自动进样器(日本资生堂公司); 3K15 型高速冷冻离心机(德国 Sigma 公司); LNG-T83 型离心浓缩干燥仪(太仓市科教器材厂); GR-202 型电子天平(日本 A&D 公司); XW-80A 微型涡旋混合仪(上海沪西分析仪器厂有限公司)。

鸡矢藤苷酸(批号 16113003), 鸡矢藤苷(批号 17031503), 鸡矢藤苷酸甲酯(批号 17040801), 车叶草苷(批号 17031502), 均购于成都普菲德生物技术有限公司, 纯度 $\geq 98\%$; 鸡矢藤药材(批号 20151001)由江西致和堂中药饮片有限公司提供并由黄黎珍教授鉴定为茜草科植物鸡矢藤 *Paederia scandens* 的全草; 甲醇(色谱纯, 德国 Merck 公司, 批号 3GE0021), 甲醇(分析纯, 天津市富宇精细化工有限公司, 批号 20170605); 甲酸(分析纯, 天津市大茂化学试剂厂, 批号 20170301); 纯净水购自娃哈哈公司。

2 方法与结果

2.1 溶液的配制

2.1.1 储备液的配制 分别精密称取鸡矢藤苷酸、鸡矢藤苷、鸡矢藤苷酸甲酯、车叶草苷对照品 16.24, 22.12, 14.2, 16.2 mg, 加甲醇 8 mL 溶解, 超声得到质量浓度分别为 2.030, 2.765, 1.775, 2.025 g·L⁻¹ 的储备液。

2.1.2 鸡矢藤提取物的制备 取鸡矢藤药材适量, 粉碎, 过 2 号筛(24 目), 得到鸡矢藤粉末 600 g。精密称量鸡矢藤粉末 50.0 g 于圆底烧瓶中, 按液料比 10:1 加入甲醇, 将烧瓶置于水浴锅中 70 °C 回流提取 2 次, 每次 2 h。将鸡矢藤粉末 600 g 分多次提取, 合并滤液, 减压浓缩烘干, 即得鸡矢藤提取物 75 g。

2.1.3 供试品的制备 精密称取鸡矢藤提取物 0.5 g 于 500 mL 量瓶中, 加入 50% 甲醇至刻度线进行稀释, 超声混匀 5 min; 精密量取上述溶液 1 mL 于 1 000 mL 量瓶中, 用 50% 甲醇稀释至刻度, 得

1 mg·L⁻¹ 提取物溶液, 超声混匀 3 min, 12 357 r·min⁻¹ 离心 20 min, 取上清, 再 12 357 r·min⁻¹ 离心 10 min, 即得供试品溶液。

2.2 液质条件

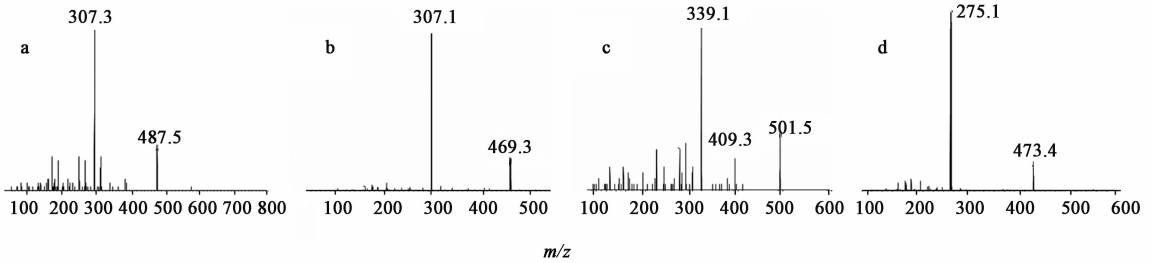
2.2.1 色谱条件

采用 Venusil MP-C₁₈ 色谱柱 (2.10 mm × 50 mm, 5 μm); 流动相 A 为甲醇, 流动相 B 为水, 梯度洗脱 (0 ~ 0.3 min, 10% A; 0.3 ~ 0.8 min, 10% ~ 95% A; 0.8 ~ 3.0 min, 95% A; 3.0 ~ 3.2 min, 95% ~ 10% A; 3.2 ~ 4.5 min, 10% A); 流速

0.35 mL·min⁻¹, 柱温室温, 进样量 10 μL。鸡矢藤苷酸、鸡矢藤苷、鸡矢藤苷酸甲酯、车叶草苷的保留时间分别为 1.56, 1.67, 1.73, 1.59 min。

2.2.2 质谱条件

离子源为 ESI, 喷雾电压 (IS) 为 5 500 V, 离子化温度 (TEM) 为 550 °C, 气帘气 (CUR) 为 6.9 kPa, 碰撞气 (CAD) 为 Medium, 雾化气 (GS1) 为 344.7 kPa, 辅助加热气 (GS2) 为 344.7 kPa, 检测方式为正离子检测 (Positive)。扫描模式为多反应检测模式 (MRM), 见图 1, 表 1。



a. 鸡矢藤苷酸; b. 鸡矢藤苷; c. 鸡矢藤苷酸甲酯; d. 车叶草苷

图 1 4 种成分的二级质谱

Fig. 1 Mass spectra of product ions of four components

表 1 质谱相关参数

Table 1 Relative parameters of mass spectrum

成分	监测离子对 (m/z)	去簇电压 /V	碰撞能量 /eV	出口电压 /V	入口电压 /V
鸡矢藤苷酸	487.2/307.2	100	33	10	7
鸡矢藤苷	469.2/307.2	75	30	17	8
鸡矢藤苷酸甲酯	501.2/339.3	120	35	15	3
车叶草苷	437.3/275.2	125	27	8	10

注: 扫描时间均为 100 ms。

表 2 线性关系及检测限

Table 2 Results of linearity correlations and LODs

成分	线性回归方程	r	线性范围/μg·L ⁻¹	LOD/μg·L ⁻¹
鸡矢藤苷酸	Y = 0.003 34X + 0.003 95	0.998 6	1 ~ 500	0.150 0
鸡矢藤苷	Y = 0.003 07X + 0.002 25	0.994 7	0.1 ~ 50	0.020 0
鸡矢藤苷酸甲酯	Y = 0.009 02X + 0.001 90	0.995 3	0.5 ~ 250	0.080 0
车叶草苷	Y = 0.001 03X + 0.005 35	0.997 9	0.25 ~ 125	0.062 5

2.4 仪器精密度的考察

配制混合对照工作液低、中、高 3 个浓度 (鸡矢藤苷酸为 2, 40, 400 μg·L⁻¹; 鸡矢藤苷为 0.2, 4, 40 μg·L⁻¹; 鸡矢藤苷酸甲酯为 1, 20, 200 μg·L⁻¹; 车叶草苷为 0.5, 10, 100 μg·L⁻¹) 的质控 (QC) 样本。按 2.2 项下色谱条件测定, 24 h

2.3 线性关系的考察

分别取鸡矢藤苷酸、鸡矢藤苷、鸡矢藤苷酸甲酯、车叶草苷储备液适量, 加 50% 甲醇进行梯度稀释至质量浓度分别为 2 000, 200, 1 000, 500 μg·L⁻¹, 然后各取 200 μL 混匀制成浓度分别为 500, 50, 250, 125 μg·L⁻¹ 的混合对照溶液, 再用 50% 甲醇逐级稀释制成系列混合对照工作液, 按 2.2 项下方法进行进样测定。以待测组分峰面积 (Y) 为纵坐标, 质量浓度 (X) 为横坐标绘制标准曲线方程, 以峰面积为噪音 3 倍 (S/N = 3) 时的进样浓度为检测限 (LOD)。见表 2。

内连续进样 6 次, 根据随行标准曲线和样品峰面积计算各 QC 样品的实际浓度及 6 次进样的 RSD, 用于评价日内精密度。连续 3 d 进样, 根据随行标准曲线和样品峰面积计算各 QC 样品的实际浓度及 3 d 内的 RSD, 用以评价日间精密度, 结果见表 3,

RSD 均 < 9% , 表明仪器精密度高。

表 3 仪器精密度高试验

Table 3 Precision of instruments

成分	质量浓度 / $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$	RSD($n = 6$)/%	
		日内	日间
鸡矢藤苷酸	2.0	7.6	8.7
	40.0	7.4	5.7
	400.0	3.4	2.8
鸡矢藤苷	0.2	8.4	6.6
	4.0	8.8	8.5
	40.0	3.0	8.7
鸡矢藤苷酸甲酯	1.0	8.4	6.9
	20.0	5.4	5.8
	200.0	8.4	8.3
车叶草苷	0.5	7.2	5.7
	10.0	4.7	3.6
	100.0	4.1	7.0

2.5 稳定性试验 按 2.1.3 项下方法制备鸡矢藤提取物的供试品溶液, 在 2.2 项液质条件下, 分别于 0, 3, 6, 9, 12, 24 h 时间点进样分析, 根据随行标准曲线和样品峰面积计算各成分的含量和 RSD, 结果显示鸡矢藤苷酸、鸡矢藤苷、鸡矢藤苷酸甲酯、车叶草苷含量的 RSD 分别为 2.7% , 3.6% , 3.7% , 5.5% , 均 < 6% , 表明各被测成分在 24 h 内稳定性良好。

2.6 重复性试验 按 2.1.3 项下方法制备鸡矢藤提取物的供试品溶液, 平行 6 份, 在 2.2 项液质条件下进样分析, 根据随行标准曲线和样品峰面积计算各成分的含量和 RSD, 结果显示鸡矢藤苷酸、鸡矢藤苷、鸡矢藤苷酸甲酯、车叶草苷质量分数分别为 87.2, 24.0, 20.1, 3.0 $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$, RSD 分别为 2.6% , 4.2% , 6.3% , 3.7% 均 < 7% , 表明各被测成分重复性良好。

2.7 加样回收率 称定同一批已知含量的鸡矢藤提取物约 1 mg, 共平行 6 份, 置于量瓶中, 分别加入各对照品适量, 按 2.1.3 项下方法制备供试品, 进样分析, 计算回收率及其 RSD, 结果见表 4。

2.8 样品含量的测定 精密称量鸡矢藤提取物, 平行 6 份, 按 2.1.3 项方法制备供试品溶液, 在 2.2 项液质条件下进样分析, 根据随行标准曲线和样品峰面积计算各成分的含量和 RSD, 具体结果见表 5。对照品和样品中各成分多反应监测(MRM) 模式下的色谱图见图 2。

表 4 鸡矢藤提取物中 4 种成分的加样回收率试验

Table 4 Recovery tests of four components of *Paederia scandens* extracts

成分	称样量 /mg	样品 中量 / μg	加入量 / μg	测得量 / μg	回收率 /%	平均值 /%	RSD /%
鸡矢藤苷酸	1.02	89.11	101.50	195.00	104.32	101.1	4.8
	1.10	96.10	101.50	198.33	100.72		
	1.05	91.74	101.50	200.00	106.66		
	1.10	96.10	101.50	193.33	95.79		
	1.15	100.47	101.50	196.67	94.77		
	1.06	92.61	101.50	198.33	104.16		
鸡矢藤苷	1.02	24.70	27.65	55.50	111.39	112.1	3.2
	1.10	26.64	27.65	57.00	109.81		
	1.05	25.43	27.65	58.00	117.80		
	1.10	26.64	27.65	56.50	108.00		
	1.15	27.85	27.65	58.50	110.85		
	1.06	25.67	27.65	57.33	114.51		
鸡矢藤苷酸甲酯	1.02	20.71	35.50	59.83	110.22	104.5	3.8
	1.10	22.33	35.50	57.67	99.54		
	1.05	21.32	35.50	58.00	103.34		
	1.10	22.33	35.50	59.00	103.30		
	1.15	23.35	35.50	59.67	102.32		
	1.06	21.52	35.50	60.00	108.40		
车叶草苷	1.02	3.26	2.40	5.45	91.30	90.8	5.1
	1.10	3.51	2.40	5.73	92.44		
	1.05	3.35	2.40	5.38	84.51		
	1.10	3.51	2.40	5.68	90.35		
	1.15	3.67	2.40	6.03	98.28		
	1.06	3.39	2.40	5.50	88.05		

3 讨论

3.1 检测方法的选择 本研究利用 LC-MS/MS 测定鸡矢藤提取物中鸡矢藤苷酸、鸡矢藤苷、鸡矢藤苷酸甲酯、车叶草苷的含量, 操作简单快速、准确。液相色谱可在短时间内即可达到有效的分离。质谱采用 MRM 方式, 选择性强, 灵敏度高, 可相对减少液相分离部分的工作量, 同时测定保留时间非常接近的不同化合物时也不会相互干扰, 特别适合于复杂的中药成分分析。故选用液质联用法, 可保证样品快速准确的检测。

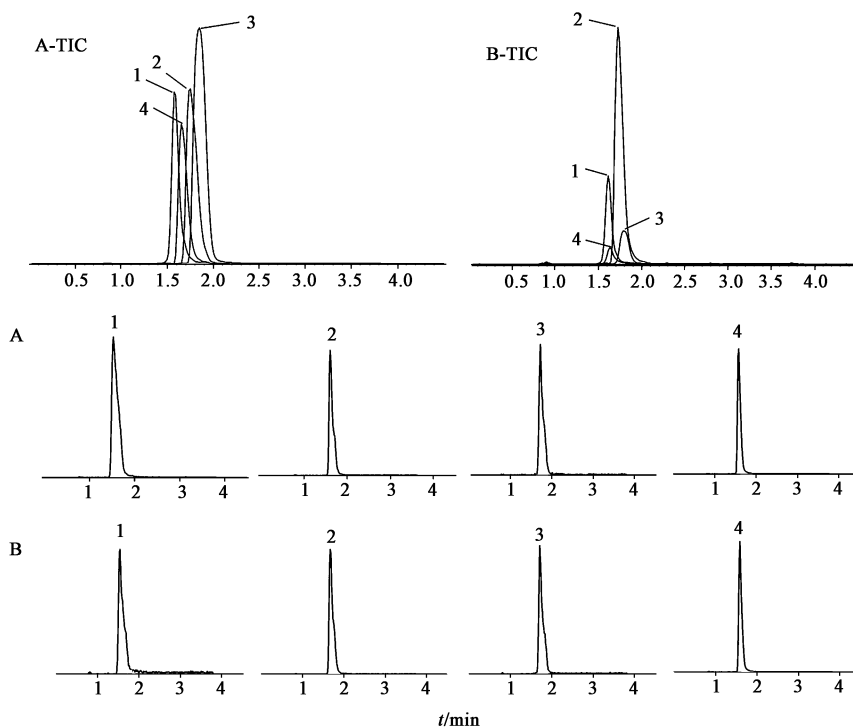
3.2 色谱质谱条件的确定

3.2.1 液相条件的确定 研究前期考察了甲醇水和乙腈水作为流动相时色谱峰的情况, 同时也考察了 2 种流动相分别加入 0.1% 甲酸, 0.5% 甲酸,

表 5 鸡矢藤提取物中各成分的质量分数

Table 5 Determination of four components in samples

成分	质量分数/ $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$	平均值/ $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$	RSD/%	成分	质量分数/ $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$	平均值/ $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$	RSD/%
鸡矢藤苷酸	88.6	87.4	4.6	鸡矢藤苷酸甲酯	19.8	20.3	4.1
	91.9				20.0		
	91.7				21.5		
	85.4				19.8		
	82.2				19.5		
	84.4				21.2		
鸡矢藤苷	23.1	24.2	3.1	车叶草苷	3.1	3.2	4.1
	23.7				3.1		
	25.0				3.1		
	24.2				3.3		
	24.2				3.4		
	25.1				3.2		



A. 对照品; B. 样品; A-TIC. 对照品总离子流; B-TIC. 样品总离子流; 1. 鸡矢藤苷酸; 2. 鸡矢藤苷; 3. 鸡矢藤苷酸甲酯; 4. 车叶草苷

图 2 鸡矢藤提取物中 4 种成分典型色谱

Fig. 2 Typical chromatograms of four components of *Paederia scandens* extracts

10 $\text{mmol}\cdot\text{L}^{-1}$ 乙酸铵后作为流动相时的情况。结果发现, 甲醇作为流动相时 4 个化合物的响应比乙腈作为流动相时的高, 且较少杂峰, 因此选择甲醇作为流动相; 而在流动相中加入 10 $\text{mmol}\cdot\text{L}^{-1}$ 的乙酸铵时, 发现 4 个化合物响应都变低很多且峰形差; 加入 0.1% 甲酸和 0.5% 甲酸时鸡矢藤苷酸的响应随甲酸浓度升高而升高, 但是其他 3 个化合物都随甲酸

浓度的升高而降低较多。最后综合考虑, 选择甲醇-水作为流动相, 各成分响应较高且稳定, 峰形良好。鸡矢藤苷酸、鸡矢藤苷、鸡矢藤苷酸甲酯、车叶草苷的保留时间分别为 1.56, 1.67, 1.73, 1.59 min, 在 4.5 min 内完成测试, 提高了工作效率。

3.2.2 质谱条件的确定 在质谱条件的选择中, 为使各成分准分子离子峰信号达最强, 分别用 4 个成

分 $1 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 的对照品溶液,以正、负离子模式进行检测。然后对其进行二级质谱扫描,离子源为 ESI,定量方式为多反应监测(MRM),通过能量优化来选择特征碎片离子(表 1),结果发现选择正离子检测鸡矢藤苷酸、鸡矢藤苷、鸡矢藤苷酸甲酯、车叶草苷时,离子峰强度最高。然后再逐步优化质谱的喷雾电压,离子化温度(TEM),气帘气(CUR),碰撞气等其他参数,最后确定为 2.2 项中的质谱参数值时,各化合物响应最优。

3.3 鸡矢藤提取物提取方法的选择 所测成分,鸡矢藤苷酸、鸡矢藤苷、鸡矢藤苷酸甲酯、车叶草苷都属于环烯醚萜苷类化合物,可溶于水、甲醇、乙醇等溶剂。用水^[15],95%乙醇^[9,16],80%乙醇^[2],甲醇^[8]进行回流提取的方法均有文献报道。因此,为了得到 4 种化合物较好的提取率,研究前期先后考察了用不同种类的溶剂及其不同的浓度来提取鸡矢藤提取物,最终确定用 100% 甲醇来进行提取,可以得到较好的提取率。

3.4 供试品稀释倍数的确定 为了让供试品中的 4 个化合物在测定时是完全溶解的,即与稀释倍数成线性关系,在实验前期考察了同一份提取物不同的稀释倍数时 4 个化合物的浓度值,并观察其与稀释倍数的关系。最终发现将提取物稀释成 $1 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 以下时是完全溶解的,并且在线性范围之内。

3.5 小结 本研究建立了测定鸡矢藤提取物中鸡矢藤苷酸、鸡矢藤苷、鸡矢藤苷酸甲酯、车叶草苷含量的 LC-MS/MS,并对仪器精密度,标准曲线,重复性,稳定性,加样回收率方面按有关准则进行了验证且均符合成分含量定量分析的相关要求。实验结果为鸡矢藤提取物中鸡矢藤苷酸、鸡矢藤苷、鸡矢藤苷酸甲酯、车叶草苷的含量分别为 87.4,24.2,20.3,3.2 $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$ 。由于实验中 600 g 鸡矢藤药材得到 75 g 提取物,因此,在鸡矢藤药材中鸡矢藤苷酸、鸡矢藤苷、鸡矢藤苷酸甲酯、车叶草苷的质量分数分别为 11,3,2.5,0.4 $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$,结果表明该结果基本与先前研究的结果一致,且该方法简便、快速、准确、可靠,可用于鸡矢藤提取物中 4 种主要有效成分的含量测定。

[参考文献]

[1] WU Z J, WANG J H, FANG D M, et al. Analysis of iridoid glucosides from *Paederia scandens* using HPLC-ESI-MS/MS [J]. J Chromatogr B, 2013, 923-924:

54-64.

[2] WANG D M, XU Y F, CHEN Z, et al. UPLC/Q-TOF-MS analysis of iridoid glycosides and metabolites in rat plasma after oral administration of *Paederia scandens* extracts [J]. Chin J Nat Med, 2015, 13(3): 215-221.

[3] WANG L, JIANG Y, HAN T, et al. A phytochemical, pharmacological and clinical profile of *Paederia foetida* and *P. scandens* [J]. Nat Prod Commun, 2014, 9(6): 879-886.

[4] TIAN C, ZHANG T, WANG L, et al. The hepatoprotective effect and chemical constituents of total iridoids and xanthenes extracted from *Swertia mussotii* Franch [J]. J Ethnopharmacol, 2014, 154(1): 259-266.

[5] 王珺. 鸡矢藤化学成分及其抗菌活性研究 [D]. 西安: 陕西科技大学, 2015.

[6] 余勉. 鸡矢藤化学成分及药理作用研究进展 [J]. 卫生职业教育, 2009, 27(20): 149-150.

[7] 徐金龙, 刘雷, 张巧艳, 等. 鸡矢藤的化学成分、药理活性及临床应用研究进展 [J]. 药学实践杂志, 2011, 29(6): 401-404.

[8] WANG Y B, LI Q, JIANG Y. HPLC Analysis of iridoid glycosides from the stem of *Paederia scandens* [J]. Pharmaceut Clinic Res, 2011, 19(2): 115-118.

[9] WU Z J, HUO J L, CHEN J Z, et al. Evaluation of relative isotopic abundance measurements in a quadrupole time-of-flight mass spectrometer for elemental composition determination of natural products in traditional Chinese medicine [J]. Eur J Mass Spectrom, 2013, 19(2): 91-102.

[10] 高佳, 程晓昆, 班璐, 等. 液质联用技术的应用与发展 [J]. 当代化工研究, 2016(5): 86-87.

[11] 宋亚芳, 张启伟, 龚慕辛, 等. 吴茱萸化学成分分析方法研究概述 [J]. 中国实验方剂学杂志, 2009, 15(4): 82-84.

[12] 李林, 关洪月, 殷放宙, 等. HPLC-MS 测定芫花炮制前后 5 种成分含量变化 [J]. 中国实验方剂学杂志, 2013, 19(24): 66-70.

[13] 贺峦. 液质联用技术 (LC-MS) 在中药成分分析中的应用 [J]. 科技风, 2016(19): 188-188.

[14] 王琰, 邓玲玲, 黄胜阳. HPLC-MS 技术在天然药物现代研究中的应用 [J]. 智慧健康, 2015, 1(3): 39-43.

[15] JIANG W, JIN D, LI Z, et al. Characterization of multiple absorbed constituents in rats after oral administration of *Paederia scandens* decoction [J]. Biomed Chromatogr, 2012, 26(7): 863-868.

[16] ZHOU Y, ZOU X, LIU X, et al. Multistage electrospray ionization mass spectrometric analyses of sulfur-containing iridoid glucosides in *Paederia scandens* [J]. Rapid Commun Mass Spectrom, 2007, 21(8): 1375-1385.

[责任编辑 顾雪竹]