

· 化学与分析 ·

市售沙棘 HPLC 指纹图谱一致性及抗氧化活性谱效关系

李生茂¹, 刘琳², 谭睿^{3*}, 彭璐³, 袁斌¹, 梅雪¹, 王彪¹, 顾健⁴

(1. 川北医学院药学院, 四川南充 637000; 2. 川北医学院附属医院, 四川南充 637000;
3. 西南交通大学生命科学与工程学院, 成都 610031;
4. 西南民族大学民族医药研究院, 成都 610041)

[摘要] **目的:**比较市售沙棘 HPLC 指纹图谱的差异,并研究其 HPLC 指纹图谱与抗氧化活性的相关性,为探寻沙棘抗氧化物质基础及饮片质量评价提供参考。**方法:**HPLC 建立不同来源沙棘饮片指纹图谱及相似度,系统聚类分析其差异;1,1-二苯基-2-三硝基苯肼(DPPH)法研究其抗氧化作用,灰色关联度分析法研究谱效关系。**结果:**建立了14批沙棘 HPLC 指纹图谱,确定了其中10个色谱峰为共有峰,其中10号峰为槲皮素,各样品聚为两类,相似度在0.862~0.992;14批沙棘饮片均有不同程度的清除自由基作用;10个共有峰与清除自由基的关联度在0.758~0.662,大小依次为x10>x3>x7>x4>x5>x9>x1>x6>x8>x2,其中10号峰槲皮素与清除 DPPH 自由基作用关联度最大。**结论:**市售沙棘饮片总体质量比较一致,但不同地区间的质量有一定的差异,沙棘抗氧化作用为“多成分”共同起效的结果。通过 HPLC 指纹图谱一致性研究及“谱-效”关系分析探寻其抗氧化物质基础,可为沙棘饮片质量评价提供依据。

[关键词] 沙棘饮片; 高效液相色谱指纹图谱; 一致性; 抗氧化; 谱效关系

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2016)11-0043-06

[doi] 10.13422/j.cnki.syfjx.2016110043

[网络出版地址] <http://www.cnki.net/kcms/detail/11.3495.R.20160415.1015.028.html>

[网络出版时间] 2016-04-15 10:15

Correlation Analysis Between HPLC Fingerprint of Hippophae Fructus Pieces and Antioxidant Activity

LI Sheng-mao¹, LIU Lin², TAN Rui^{3*}, PENG Lu³, YUAN Bin¹, MEI Xue¹, WANG Biao¹, GU Jian⁴

(1. School of Pharmacy, North Sichuan Medical College, Nanchong 637000, China;

2. Affiliated Hospital of North Sichuan Medical College, Nanchong 637000, China;

3. College of Life Science and Engineering, Southwest Jiaotong University, Chengdu 610031, China;

4. Institute of National Medicine, Southwest University for Nationalities, Chengdu 610041, China)

[Abstract] **Objective:** To compare the difference of HPLC fingerprints of commercially available Hippophae Fructus pieces, explore the correlation between their HPLC fingerprints and antioxidant activity, and provide reference for exploring the antioxidant material basis of Hippophae Fructus as well as quality evaluation. **Method:** HPLC fingerprints of different sources of Hippophae Fructus pieces were established, and the difference were analyzed by the similarity and system cluster analysis method; antioxidant effect was determined by

[收稿日期] 20150605(004)

[基金项目] 国家“重大新药创制”科技重大专项(2013ZX09103-002-014,2012ZX09304005003);川北医学院2012年大学生开放性实验项目

[第一作者] 李生茂,博士,讲师,从事中药药效物质基础及质量标准化研究,Tel:0817-3300337,E-mail:lsm9110@163.com

[通讯作者] *谭睿,博士,教授,从事中药、民族药及复方药效物质基础及质量标准化研究,Tel:028-87601764,E-mail:tanrui@swjut.edu.cn

1, 1-diphenyl-2-trinitrobenzene hydrazine (DPPH) method, and the spectrum-effect relationship was studied by gray correlation analysis method. **Result:** The HPLC fingerprints of 14 batches of Hippophae Fructus were established; 10 common peaks were identified, and No. 10 peak was the chromatographic peak for quercetin; the samples came into two categories, with the similarity of 0.862-0.992; the 14 batches of Hippophae Fructus pieces had different levels of free radical scavenging effect; the correlation between 10 common peaks and free radical scavenging was in the range of 0.758-0.662, with an order of $x_{10} > x_3 > x_7 > x_4 > x_5 > x_9 > x_1 > x_6 > x_8 > x_2$ from high to low, where No. 10 peak for quercetin had the maximum correlation with DPPH free radical scavenging effect. **Conclusion:** The quality of commercially available Hippophae Fructus was relatively consistent, but there were some differences in quality between those from different regions, and their antioxidation effect was resulted from the common onset of 'multi-components'. By exploring the antioxidant material basis of Hippophae Fructus through the study of HPLC fingerprints consistency and spectrum-effect relationship analysis, it can provide reference for quality evaluation of Hippophae Fructus.

[**Key words**] Hippophae Fructus pieces; HPLC fingerprint; consistency; antioxidant; spectrum-effect relationship

沙棘具有“健脾消食,止咳祛痰,活血散瘀”的功效,用于“脾虚食少,食积腹痛,咳嗽痰多,胸痹心痛,瘀血经闭,跌扑瘀肿”等,是藏族医、蒙族医习用药材^[1-2]及维吾尔族民间传统药材^[3],亦是 2002 年卫生部公布的“既是食品又是药品的物品”^[4]。现代研究表明,沙棘含黄酮、三萜、甾体、多糖、脂肪油、有机酸等多种化学成分^[5],具有抗氧化、抗心肌缺血缺氧、改善心肌细胞功能、抗心律失常,降血糖血脂、抗肿瘤、增强免疫、抗溃疡、抗过敏及抗衰老等广泛的药理作用^[6-7],其中抗氧化作用为沙棘重要的药理作用之一,与其改善心血管系统功能、抗肿瘤、降血糖以及抗衰老等作用关系密切^[2,8-9]。沙棘属植物全世界有 7 种 11 亚种,在我国有 7 种 7 亚种,分布于西南、西北及华北等广大地区^[10]。

沙棘来源较为复杂,除胡颓子科沙棘作为主要来源外,部分地区亦应用同属其他种植物的干燥果实作沙棘入药^[11]。同时,沙棘为果实入药,部分鉴别特征消失,不同品种难以区分,容易混淆,因此可能导致其质量的差异,并进一步影响其临床疗效的发挥。长期以来,对沙棘药材及其制剂的质量控制多以总黄酮部位或部分有效成分为指标的定量测定^[12-17]以及 HPLC 指纹图谱定性研究为主^[18-19],未见有对沙棘饮片 HPLC 指纹图谱一致性评价及指纹图谱与抗氧化活性相关性研究报道。基于此,本试验对沙棘主要使用地区的市售饮片 HPLC 指纹图谱进行了研究,分析比较了不同来源沙棘样品指纹图谱的差异,并以与沙棘抗氧化为切入点,采用灰色关联度分析法研究其指纹图谱与抗 DPPH 氧化作用的关系,探寻其抗氧化的物质基础,以期为更好的控制

沙棘药材质量及进一步保证临床疗效提供依据。

1 材料

LC-15C 型高效液相色谱仪(日本岛津公司),BP211D AG 型电子天平(Sartorius),KQ3200 型超声清洗器(昆山市超声仪器有限公司),Epoch 型微孔板分光光度计(美国 Biotek 公司)。对照品槲皮素(批号 100081-2009),山柰素(批号 110861-201209),均由中国食品药品检定研究院提供,1,1-二苯基苦基苯肼(DPPH, Sigma 公司,批号 034K1071);磷酸、甲醇为分析纯,乙腈为色谱纯,水为超纯水。沙棘饮片 S1 ~ S14 为市售饮片,经西南交通大学生命科学与工程学院宋良科副教授鉴定为胡颓子科沙棘 *Hippophae rhamnoides* 的干燥成熟果实,来源见表 1。

表 1 沙棘饮片来源

Table 1 Sources of samples of Hippophae Fructus pieces

No.	来源	No.	来源
S1	新疆乌鲁木齐	S8	新疆库尔勒
S2	新疆乌鲁木齐	S9	新疆库尔勒
S3	新疆乌鲁木齐	S10	西藏拉萨
S4	新疆奎屯	S11	西藏拉萨
S5	新疆石河子	S12	西藏拉萨
S6	新疆石河子	S13	四川成都
S7	新疆伊宁	S14	四川成都

2 方法与结果

2.1 色谱条件

2.1.1 供试品溶液制备 取沙棘药材粗粉 0.5 g,置于具塞锥形瓶中,精密加入 60% 甲醇 30 mL,称定

质量,超声 30 min,放冷,再称定质量,并用 60% 甲醇补足减失的质量,摇匀,0.45 μm 微孔滤膜滤过,取续滤液即得。

2.1.2 对照品溶液的制备 精密称取干燥至恒定的槲皮素、山柰素对照品适量,加甲醇制成单一对照品储备液;分别精密吸取各对单一对照品储备液 0.5 mL,置 5 mL 量瓶,0.45 μm 微孔滤膜滤过,即为混合对照品溶液(槲皮素 0.17 g·L⁻¹,山柰素 0.042 g·L⁻¹)。

2.2 指纹图谱建立

2.2.1 HPLC 色谱条件 Wondasil® C₁₈ 色谱柱(4.6 mm × 150 mm, 5 μm),流动相乙腈(A)-0.4% 磷酸水(B) 梯度洗脱(0 ~ 15 min, 10% ~ 12% A; 15 ~ 50 min, 12% ~ 18% A; 50 ~ 60 min, 18% ~ 40% A; 60 ~ 66 min, 40% ~ 10% A),流速 1 mL·min⁻¹,柱温 30 °C,检测波长 360 nm,进样量 20 μL。

2.2.2 方法学考察 ①精密度试验:取 S1 样品,按 2.1 项下方法制备供试品溶液,按 2.2.1 项下色谱条件连续进样 6 次测定,结果各共有峰相对保留时间和相对峰面积的 RSD < 5%,表明仪器精密度良好。②稳定性试验:取 S1 样品,按 2.1 项下方法制备供试品溶液,分别在 0, 2, 4, 8, 12, 24 h 按 2.2.1 项下色谱条件进样,各共有峰相对保留时间和相对峰面积的 RSD < 5%,表明样品在 24 h 内稳定。③重复性试验:取 S1 样品,按 2.1 项下方法平行制备 5 份供试品溶液测定,结果各共有峰相对保留时间

表 2 沙棘饮片 HPLC 指纹图谱共有峰相对峰面积测定

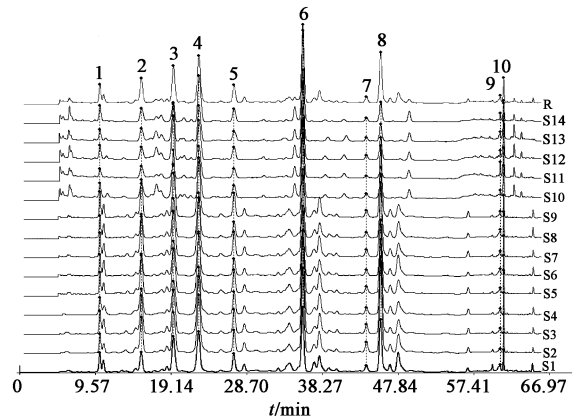
Table 2 Relative peak areas of common peaks of HPLC fingerprint of Hippophae Fructus pieces

样品	1	2	3	4	5	7	8	9	10
S1	0.218	0.348	0.577	0.777	0.282	0.107	0.828	0.099	0.115
S2	0.157	0.479	0.531	0.877	0.260	0.128	1.050	0.042	0.074
S3	0.171	0.434	0.503	0.740	0.246	0.102	0.776	0.043	0.066
S4	0.149	0.380	0.478	0.732	0.264	0.085	0.826	0.047	0.077
S5	0.155	0.448	0.514	0.775	0.258	0.082	0.786	0.045	0.084
S6	0.221	0.350	0.577	0.777	0.271	0.103	0.827	0.093	0.108
S7	0.175	0.464	0.520	0.774	0.273	0.085	0.820	0.047	0.077
S8	0.230	0.398	0.672	0.836	0.253	0.096	0.812	0.104	0.135
S9	0.190	0.460	0.538	0.780	0.260	0.086	0.818	0.049	0.084
S10	0.159	0.263	0.718	0.725	0.215	0.069	0.333	0.034	0.188
S11	0.108	0.211	0.236	0.672	0.169	0.029	0.165	0.079	0.199
S12	0.150	0.213	0.656	0.727	0.204	0.069	0.310	0.035	0.221
S13	0.137	0.227	0.590	0.701	0.180	0.049	0.260	0.066	0.255
S14	0.141	0.186	0.253	0.718	0.169	0.042	0.235	0.029	0.086

注:6 号峰相对峰面积均为 1.000。

和相对峰面积的 RSD < 5%,表明本方法的重复性良好。④空白试验:按 2.2.1 项下色谱条件进样 60% 甲醇 20 μL,显示空白溶剂在 66 min 内无干扰。

2.2.3 指纹图谱测定 按 2.1 项下方法制备供试品溶液,分别吸取供试品溶液和对照品混合溶液,按 2.2.1 项下色谱条件测定,记录 66 min 内色谱图,采用由国家药典委员会开发的“中药指纹图谱相似度评价系统”(2004A)软件,选取中位数法手动匹配,得到 14 批沙棘 HPLC 指纹图谱的相似度及对对照指纹图谱,其中 10 号峰为槲皮素,结果见表 2, 3, 图 1, 2。



R. 共有模式; S1 ~ S14. 14 批样品

图 1 14 批沙棘药材指纹谱及共有模式

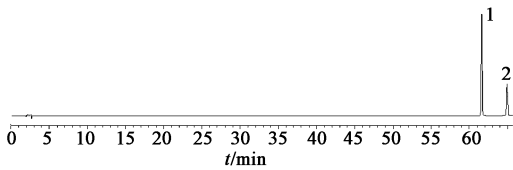
Fig. 1 HPLC fingerprinting and HPLC fingerprinting of common pattern of Hippophae Fructus pieces

2.2.4 沙棘饮片指纹图谱聚类分析 将 14 批沙棘

表 3 沙棘饮片 HPLC 指纹图谱相似度

Table 3 Results of similarity analyzes of HPLC fingerprint of Hippophae Fructus pieces

No.	S1	S2	S3	S4	S5	S6	S7	S8	S9	S10	S11	S12	S13	S14	R
S1	1	0.983	0.986	0.986	0.985	0.999	0.985	0.997	0.986	0.856	0.81	0.853	0.849	0.836	0.989
S2	0.983	1	0.991	0.993	0.992	0.983	0.994	0.983	0.993	0.846	0.802	0.843	0.837	0.834	0.977
S3	0.986	0.991	1	0.997	0.999	0.986	0.999	0.988	0.999	0.881	0.846	0.88	0.876	0.873	0.992
S4	0.986	0.993	0.997	1	0.997	0.986	0.998	0.986	0.997	0.873	0.84	0.872	0.868	0.868	0.990
S5	0.985	0.992	0.999	0.997	1	0.985	0.999	0.988	1	0.884	0.849	0.883	0.88	0.875	0.992
S6	0.999	0.983	0.986	0.986	0.985	1	0.986	0.997	0.986	0.855	0.81	0.853	0.849	0.836	0.989
S7	0.985	0.994	0.999	0.998	0.999	0.986	1	0.988	1	0.878	0.84	0.876	0.872	0.868	0.990
S8	0.997	0.983	0.988	0.986	0.988	0.997	0.988	1	0.989	0.874	0.819	0.871	0.867	0.844	0.992
S9	0.986	0.993	0.999	0.997	1	0.986	1	0.989	1	0.881	0.84	0.879	0.875	0.868	0.991
S10	0.856	0.846	0.881	0.873	0.884	0.855	0.878	0.874	0.881	1	0.936	0.994	0.984	0.945	0.904
S11	0.810	0.802	0.846	0.84	0.849	0.810	0.840	0.819	0.840	0.936	1	0.953	0.955	0.987	0.862
S12	0.853	0.843	0.88	0.872	0.883	0.853	0.876	0.871	0.879	0.994	0.953	1	0.991	0.956	0.904
S13	0.849	0.837	0.876	0.868	0.880	0.849	0.872	0.867	0.875	0.984	0.955	0.991	1	0.957	0.901
S14	0.836	0.834	0.873	0.868	0.875	0.836	0.868	0.844	0.868	0.945	0.987	0.956	0.957	1	0.887
R	0.989	0.977	0.992	0.990	0.992	0.989	0.990	0.992	0.991	0.904	0.862	0.904	0.901	0.887	1



1. 槲皮素; 2. 山柰素

图 2 混合对照品溶液 HPLC

Fig. 2 HPLC fingerprinting of reference substances

药材 HPLC 色谱图中各峰峰面积导入 SPSS 13.0 软件, 采用中间数 (Median clustering) 进行聚类, 利用平方欧式距离 (Squared Euclidean distance) 样品测定, 结果显示, 14 批样品聚为 2 类, 第一类包括 S1, S2, S3, S4, S5, S6, S7, S8 和 S9; 第二类包括 S10, S11, S12, S13 和 S14, 聚类分析结果与指纹图谱相似度分析结果一致, 见图 3。

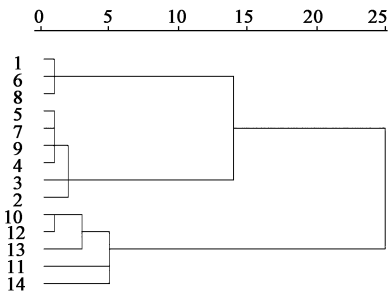


图 3 沙棘饮片 HPLC 指纹图谱聚类分析树状关系

Fig. 3 Cluster analysis of HPLC fingerprint of Hippophae Fructus pieces

2.3 DPPH 法测定各批沙棘药材抗氧化作用

2.3.1 DPPH 溶液配制 称取 DPPH 适量加甲醇配置成 $110 \mu\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的溶液, 避光保存。

2.3.2 沙棘抗 DPPH 氧化活性测定 参考文献 [20] 方法, 按 2.1 项下方法提取, 并以 60% 甲醇倍比稀释成不同浓度 (相当于生药量) 供试品溶液。取供试品溶液 0.1 mL 与 DPPH 溶液 0.1 mL 置 96 孔板, 混匀后室温避光放置 30 min, 517 nm 处测定吸光度 A_i ; 同时测定供试品溶液 0.1 mL + 60% 甲醇 0.1 mL A_j , 60% 甲醇 0.1 mL + DPPH 溶液 0.1 mL A_0 , 6 个复孔, 按以下公式计算清除率^[21]:

$$\text{DPPH 自由基清除率} = (1 - (A_i - A_j) / A_0) \times 100\%$$

清除率 (Y) 对药物浓度 (X) 对数进行线性回归, 根据对数函数方程求出清除率为 50% 时药物的浓度 (IC_{50})。结果见表 4。

2.4 灰色关联度分析 对获得的 14 批沙棘药材 HPLC 指纹图谱共有峰峰面积数据与清除 DPPH 自由基活性进行灰色关联度分析, 研究两者的相关性。将不同批次的沙棘药材清除 DPPH 自由基活性 IC_{50} 设为参考序列 (母序列), 10 个共有峰设为比较序列 (子序列)。1 ~ 10 个共有峰分别用 $x_1 \sim x_{10}$ 表示。参考文献 [22-23] 方法和步骤。

2.4.1 求绝对差序列 经数据变换的母序列标记为 $\{Y_0(m)\}$, 子序列记为 $\{Y_i(m)\}$, 则绝对差序列 $\Delta_{oi}(m)$ 。

$$\Delta_{oi}(m) = |Y_0(m) - Y_i(m)| \quad (1 \leq i \leq m)$$

2.4.2 求关联系数 关联系数反映 2 个被比较序列的靠近程度。母序列与子序列的关联系数 $L_{oi}(k)$, Δ_{\min} 和 Δ_{\max} 分别表示所有比较序列绝对差中的最小值与最大值; ρ 为分辨系数, 其意义是削弱

表 4 不同来源沙棘对 DPPH 自由基清除效果

Table 4 Results of similarity analysis of HPLC fingerprint of Hippophae Fructus pieces

样品	不同浓度样品/g·L ⁻¹										IC ₅₀
	4.167	2.083	1.042	0.675	0.521	0.260	0.225	0.075	0.025	0.008	
S1	-	-	-	91.17	-	-	80.26	56.60	37.25	24.40	0.046
S2	-	-	-	89.42	-	-	66.81	43.29	29.88	22.33	0.073
S3	-	-	-	92.33	-	-	72.53	52.08	33.73	25.33	0.054
S4	-	-	-	90.41	-	-	71.86	49.65	34.27	20.86	0.061
S5	-	-	-	81.68	-	-	62.36	49.92	30.88	22.79	0.078
S6	-	-	-	89.66	-	-	68.00	44.14	27.57	12.15	0.083
S7	-	-	-	93.18	-	-	71.47	47.82	28.29	15.02	0.070
S8	-	-	-	90.74	-	-	76.04	58.10	42.60	29.08	0.039
S9	-	-	-	87.20	-	-	73.96	56.35	39.48	22.41	0.051
S10	85.88	70.81	55.94	-	45.06	27.12	-	-	-	-	0.744
S11	84.81	68.88	44.57	-	31.12	19.83	-	-	-	-	1.049
S12	81.26	72.46	45.87	-	31.06	25.73	-	-	-	-	0.983
S13	86.00	70.43	50.58	-	39.14	29.73	-	-	-	-	0.812
S14	92.18	74.84	58.93	-	45.50	31.94	-	-	-	-	0.636

最大绝对差数值太大引起的失真,提高关联系数之间的差异显著性,取值在 0~1,本研究选取 0.8。关联系数反映 2 个被比较序列的靠近程度。

$$L_{oi}(k) = (\Delta_{\min} + \rho\Delta_{\max}) / (\Delta_{oi}(m) + \rho\Delta_{\max})$$

2.4.3 关联度计算 关联度按比较序列的关联系数的均值计算。 r_{oi} 为子序列 i 与母序列 o 的关联度, N 为比较序列的数据个数。

$$r_{oi} = \frac{1}{N} \sum_{k=1}^N L_{oi}(k)$$

2.4.4 排关联序 将 m 个子序列对同一母序列的关联度按大小顺序排列起来,便组成关联序,记为 (x) ,它直接反映各个子序列对母序列的“贡献”的大小。据此可寻找指纹特征峰对应的化学成分与药效间的联系。

2.4.5 谱效相关性分析 对沙棘 HPLC 指纹图谱中各共有峰峰面积数据与抗氧化活性进行灰色关联度及关联序分析。依据相对关联度的大小,确定了各成分对抗氧化作用贡献的大小顺序依次为 $x_{10} > x_3 > x_7 > x_4 > x_5 > x_9 > x_1 > x_6 > x_8 > x_2$,结果见表 5。

表 5 沙棘 HPLC 指纹图谱与抗氧化活性关联度

Table 5 Results of correlation of HPLC fingerprint with DPPH free radical scavenging effect of Hippophae Fructus pieces

色谱峰	关联度	色谱峰	关联度	色谱峰	关联度
x_{10}	0.758	x_5	0.658	x_6	0.640
x_3	0.742	x_9	0.651	x_8	0.623
x_7	0.682	x_1	0.645	x_2	0.622
x_4	0.661				

3 讨论

建立了 14 批市售沙棘 HPLC 指纹图谱研究并进行了相似度评价,结果显示 14 批沙棘样本整体相似度较高,相似度在 0.862~0.992,其中有 5 份样品(占样品总份数的 35.71%)与对照指纹图谱的相似度在 0.904~0.862,9 份样品(占样品总份数的 64.29%)与对照指纹图谱的相似度比较 > 0.950 。根据相似度结果并结合样品来源进一步分析发现,所购 14 批沙棘饮片大致可以分为 2 类,其中购于新疆地区的各沙棘饮片与对照指纹图谱的相似度均较高均 > 0.950 ,而购于四川、西藏地区的 5 批各沙棘饮片与对照指纹图谱的相似度均较低在 0.904~0.862,但 2 类中各自样品之间的相似度较高,相似度分别 > 0.980 和 0.930。经与对照品比对,14 批沙棘饮片均含有槲皮素,但仅在购于新疆地区的 9 批沙棘饮片检查出山柰素。进一步聚类分析显示,14 批样品聚为 2 类,聚类结果与指纹图谱相似度分析结果较为一致。表明不同地区市售沙棘饮片的指纹图谱吻合度较高,所含化学成分的种类及其含量的差异不大,总体质量比较一致,但不同地区间的质量有一定的差异,推测可能与饮片的加工、存放等环节有关,但其具体影响因素,有待于进一步研究。

参考文献[20,24],对反应溶液的体积比、反应时间等条件考察的基础上,采用 96 孔板酶标仪测定了沙棘清除 DPPH 自由基的能力,在一定程度上简化了操作,节省了试剂和样品,并增加了单次测定样品的数量。结果显示,14 批沙棘不同浓度样品均有清除 DPPH 自由基的作用,但清除 DPPH 自由基的能力大致分为明显有差异的两类,其中 S1~S9 的能力

相对较强, IC_{50} 在相当于生药剂量的 $0.039 \sim 0.083 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$, $S_{10} \sim S_{14}$ 清除能力相对较弱, IC_{50} 在相当于生药剂量的 $0.636 \sim 1.049 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$, 但 2 类中各自样品清除 DPPH 自由基的能力差异不大, 抗氧化试验结果与指纹图谱相似度评价及聚类分析结果相近。

采用灰色关联度分析方法研究了沙棘 HPLC 指纹图谱共有色谱峰与抗氧化活性之间的关系, 发现各共有色谱峰与沙棘抗氧化活性均有不同程度的关联度, 关联度在 $0.758 \sim 0.662$, 表明沙棘抗氧化作用是“多成分”共同起效的结果。其中 10 号峰(槲皮素)与抗氧化活性关联度最高, 这与槲皮素具有 5 个酚羟基, 且酚羟基分布在 3, 5 位及 3, 4' 的结构特点^[25]具有较强的抗氧化活性及文献关于其具有清除 DPPH 自由基作用的研究报道一致^[26-27]。本试验将常规化学分析与活性测定相结合, 在评价其质量一致性的基础上, 进一步进行化学信息“谱”和活性信息“效”之间的关联性研究, 以寻找发挥功效的物质基础, 为沙棘饮片质量控制并进一步保证临床疗效提供了一定的科学依据。

[参考文献]

[1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 一部[S]. 北京: 中国医药科技出版社, 2015: 184.

[2] 刘风云. 沙棘总黄酮的药理研究概况[J]. 中药材, 2004, 27(2): 145-147.

[3] 玛依拉, 沙拉买提. 新疆的天然保健品—沙棘近三年研究概况[J]. 中国民族民间医药杂志, 1999(41): 342-343.

[4] 中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会. 卫生部关于进一步规范保健食品原料管理的通知[EB/OL] <http://www.moh.gov.cn/zhuozhan/wsbmgz/201304/e33435ce0d894051b15490aa3219cdc4.shtml>. 2002-03-11.

[5] 包图雅, 乌仁图雅, 宝音仓. 沙棘的化学成分研究概况[J]. 中国民族医药杂志, 2014(8): 72-73.

[6] 邓小娟, 司徒领, 刘忠, 等. 沙棘的药理作用研究进展[J]. 中国药业, 2009, 18(1): 63-64.

[7] 周吉银, 刘莹, 周世文, 等. 沙棘总黄酮抗心血管疾病和代谢综合征作用研究进展[J]. 中药药理与临床, 2012, 28(6): 152-155.

[8] 鲁晓翔. 黄酮类化合物抗氧化作用机制研究进展[J]. 食品研究与开发, 2012, 3(3): 220-224.

[9] 吴斯琴, 毕力格, 包勒朝鲜, 等. 沙棘药理作用研究进展[J]. 中国药业, 2015, 24(1): 95-96.

[10] 陈学林, 马瑞君, 孙坤, 等. 中国沙棘属种质资源及其生境类型的研究[J]. 西北植物学报, 2003, 23(3): 451-455.

[11] 吴香杰. 蒙药沙棘及其药理研究概况[J]. 中国民族医药杂志, 1998(S1): 106.

[12] 刘锡建, 刘则华, 肖稳发, 等. 沙棘总黄酮的测定及其抗氧化性能[J]. 上海工程技术大学学报, 2006, 20(2): 135-139.

[13] 姚倩, 刘碧崇, 费洪新, 等. HPLC 测定沙棘油中的 α -生育酚[J]. 华西药学杂志, 2009, 24(3): 314-315.

[14] 杨龙辉, 伍王娥, 王天志. HPLC 测定沙棘膏中槲皮素和异鼠李素的含量[J]. 华西药学杂志, 2002, 17(2): 130-131.

[15] 韩峰超, 沈君, 赵霓, 等. HPLC 测定五味沙棘颗粒剂中异鼠李素的含量[J]. 中成药, 2000, 22(9): 651-652.

[16] 刘亚蓉. HPLC 法同时测定沙棘膏中槲皮素、山柰素、异鼠李素的含量[J]. 药物分析杂志, 2008, 28(5): 759-761.

[17] 李敏, 王晓梅, 热娜·卡斯木, 等. HPLC 同时测定中亚沙棘中的原儿茶酸、芦丁和异鼠李素[J]. 华西药学杂志, 2014, 29(3): 314-316.

[18] 古锐. 基于道地药材指纹图谱技术—化学计量学方法的川芎、沙棘质量研究[D]. 成都: 成都中医药大学, 2004.

[19] Chen C, Zhang H, Xiao W, et al. High-performance liquid chromatographic fingerprint analysis for different origins of sea buckthorn berries [J]. Chromatography A, 2007, 1154(1/2): 250-259.

[20] 恽祥惠, 邢丽娜, 李云, 等. 建立基于 96 孔板检测的 FRAP 法和 DPPH 法及其在橘核抗氧化活性研究中的应用[J]. 时珍国医国药, 2014, 25(5): 1275-1278.

[21] 刘平怀, 刘洋洋, 时杰. DPPH·体外清除实验研究罗芙木水溶性生物碱抗氧化活性[J]. 时珍国医国药, 2010, 21(3): 607-609.

[22] 于萍, 李克. 使用 Microsoft Excel 进行数据的灰关联分析[J]. 微型电脑应用, 2011, 27(3): 29.

[23] 朱诗塔, 雷鹏, 李新中, 等. 掌叶大黄不同炮制品指纹图谱与其止血作用的灰关联度分析[J]. 中南药学, 2009, 7(1): 55.

[24] 韦献雅, 殷丽琴, 钟成, 等. DPPH 法评价抗氧化活性研究进展[J]. 食品科学, 2014, 35(9): 317-322.

[25] 魏朝良, 于德红, 安利佳. 黄酮类化合物及清除自由基机制的探讨[J]. 中成药, 2005, 27(2): 239-241.

[26] 张才科, 白静, 余慧, 等. 槲皮素体外抗氧化及对小鼠血脂代谢作用的研究[J]. 天然产物研究与开发, 2012, 24(5): 663-667.

[27] 刘敏, 肖颖, 左爱仁, 等. 槲皮素、根皮素、水飞蓟宾清除自由基和抑制脂质过氧化活性研究[J]. 中成药, 2012, 34(4): 753-756.

[责任编辑 顾雪竹]