

UPLC 结合化学计量学方法的白及指纹图谱分析

迟明艳, 黄勇, 李勇军, 焉燕, 王爱民*
(贵州医科大学, 贵阳 550025)

[摘要] **目的:**建立不同产地白及药材 UPLC 指纹图谱,为建立快速而高效的白及药材整体质量控制方法提供实验依据。**方法:**采用 UPLC-PDA 检测法,ACQUITY UPLC BEH C₁₈ 色谱柱(2.1 mm × 150 mm, 1.7 μm),流动相乙腈-水溶液梯度洗脱,柱温 45 °C,检测波长 280 nm,流速 0.3 mL·min⁻¹,建立白及药材指纹图谱;通过相似度评价,结合聚类分析和主成分分析,对不同批次的白及药材进行质量评价。**结果:**建立的白及药材 UPLC 指纹图谱方法确定了 20 个共有峰,并对 9 个共有峰进行了明确化学成分指认;43 批白及药材的相似度在 0.540~0.942;通过聚类分析可大致聚成 2 类;PCA 大致聚成 4 类,并发现指纹图谱中 6 个造成 43 批次白及药材差异性的化合物。**结论:**白及的 UPLC 指纹图谱的构建和化学模式的识别为药材质量控制提供更全面的参考。

[关键词] 白及;超高效液相色谱;指纹图谱;相似度分析;聚类分析;主成分分析

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2016)14-0051-06

[doi] 10.13422/j.cnki.syfjx.2016140051

[网络出版地址] <http://www.cnki.net/kcms/detail/11.3495.R.20160523.1030.030.html>

[网络出版时间] 2016-05-23 10:30

Fingerprint of Bletilae Rhizoma by UPLC Coupled with Chemometrics Methods

CHI Ming-yan, HUANG Yong, LI Yong-jun, YAN Yan, WANG Ai-min*
(Guizhou Medical University, Guiyang 550025, China)

[Abstract] **Objective:** To establish the UPLC fingerprint for Bletilae Rhizoma from different origins, and provide experimental basis for effective overall quality control of Bletilae Rhizoma. **Method:** Fingerprint of Bletilae Rhizoma was developed by using UPLC-PDA, and the Acquity UPLC BEH C₁₈ column (2.1 mm × 150 mm, 1.7 μm) was used with acetonitrile-water solution as the mobile phase for gradient elution. The flow rate was 0.3 mL·min⁻¹; the column temperature was 45 °C, and the detection wavelength was at 280 nm. Similarity evaluation, clustering analysis and principal components analysis (PCA) were used to evaluate the quality of Bletilae Rhizoma from different origins. **Result:** The 20 common peaks were marked in the fingerprint of Bletilae Rhizoma, and the chemical compounds of 9 common peaks were identified. The similarity of 43 batches of samples was 0.540-0.942, and they could be classified into two clusters by clustering analysis and four clusters by PCA. Six compounds in the fingerprint were found to cause differences. **Conclusion:** Establishment of UPLC fingerprint of Bletilae Rhizoma and the application of chemical pattern recognition can provide more comprehensive reference for the quality control of the herb.

[Key words] Bletilae Rhizoma; UPLC; fingerprint; similarity evaluation; clustering analysis; principal components analysis

[收稿日期] 20160105(019)

[基金项目] 国家自然科学基金项目(81360636,81460630);贵阳市科学技术计划项目(筑科合同[2012204]20号)

[第一作者] 迟明艳,硕士,讲师,从事新药研发工作,Tel:0851-88416167,E-mail:379876001@qq.com

[通讯作者] *王爱民,教授,从事药物质量控制研究工作,Tel:0851-88416167,E-mail:670185664@qq.com

白及具有收敛止血、消肿生肌等功效^[1],用于咯血吐血、外伤出血、疮疡肿毒、皮肤皲裂等^[2]。近年来对药用白及的需求量不断增加,白及属的各个种均遭到了过度采挖,野生白植物资源面临灭绝的危险^[3],开展人工种植是目前满足市场需求的主要手段。但是白及中主要活性成分的含量受产地、环境影响较大,由于中药的复杂性与整体性,不能用单一指标控制质量。中药色谱指纹图谱是中药整体性的化学表征,能够反映中药材尽量多的组分,对药材的质量控制具有整体性^[4]。目前,有关白及药材的指纹图谱研究多采用 HPLC^[5-8],但是白及药材化学成分复杂,有芪类、联苳类、菲类、联菲类、联菲醚类、菲比吡喃类、联苳葡萄糖苷类、菲并螺甾内酯类以及甾体、三萜和花色苷类等化合物近 50 种^[9],采用普通 HPLC 分离效果较差。UPLC 采用 1.7 μm 的小粒径硅胶作为色谱柱填料,极大地提高了分离效率、分析灵敏度,缩短了分析时间,能够弥补 HPLC 的不足。本实验建立了不同产地白及 UPLC 指纹图谱,在数据处理的基础上,结合相似度评价、系统聚类分析和主成分分析,进行药材的质量分析和评价,为全面控制白及药材的质量提供依据。

1 材料

Acquity UPLC(美国沃特世公司,包括二元梯度泵、真空脱气机、自动进样器、色谱柱温箱、阵列二极管检测器和 Empower 2 工作站),TGL-16G 型高速离心机(上海安亭科学仪器厂),AE240 型 1/10 万电子分析天平(梅特勒-托利多仪器上海有限公司)。

白及药材由贵州医科大学龙庆德副教授鉴定为兰科植物白及 *Bletilla striata* 的干燥块茎。4-羟基苯基-葡萄糖苷(B1),4-(葡萄糖氧基)-肉桂酸葡萄糖氧基苳酯(B12),1,4-二[4-(葡萄糖氧)苳基]-2-异丁基苹果酸酯-2-葡萄糖苷(B13),1,4-二[4-(葡萄糖氧)苳基]-2-异丁基苹果酸酯(B14),二氢菲 5(B15),1,4-二[4-(葡萄糖氧)苳基]-2-异丁基苹果酸酯-2-(4-O-肉桂酰基)葡萄糖苷(B21),二氢菲 1(B19),苳基氢菲 3(B20),1,4-二[4-(葡萄糖氧)苳基]-2-异丁基苹果酸酯-2-(4-O-肉桂酰基-6-O-乙酰基)葡萄糖苷(B23)由本实验室从白及药材中分离得到,经¹H,¹³C-NMR,MS,UV 和 IR 鉴定,TLC 纯度检查显示单一斑点,UPLC-PDA 在多个波长检测,峰面积归一化法测定纯度均 >98%;乙腈色谱纯,甲醇分析纯,屈臣氏纯净水。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 采用 ACQUITY BEH C₁₈ 色谱柱(2.1 mm × 150 mm, 1.7 μm),流动相乙腈(A)-水(B)梯度洗脱(0 ~ 10 min, 5% ~ 16% A; 10 ~ 24 min, 16% ~ 30% A; 24 ~ 27 min, 30% A; 27 ~ 32 min, 30% ~ 31% A; 32 ~ 33 min, 31% ~ 37% A; 33 ~ 45 min, 37% ~ 55% A; 45 ~ 46 min, 55% ~ 100% A),流速 0.3 mL·min⁻¹,柱温 45 $^{\circ}\text{C}$,PDA 检测器,检测波长 280 nm,进样量 2 μL 。

2.2 供试品溶液的制备 白及药材经 60 $^{\circ}\text{C}$ 干燥,粉碎过 40 目筛,取约 1 g,精密称定,置烧瓶中,准确加入 50% 甲醇 25 mL,称定质量,水浴加热回流提取 2 h,放置室温,用 50% 甲醇补足失重,摇匀,滤过,1 万 r·min⁻¹ 离心 10 min,即得。

2.3 混合对照品溶液的制备 分别称取 B1, B12, B13, B14, B15, B21, B19, B20, B23 对照品 10.96, 1.06, 10.95, 10.30, 1.10, 1.10, 1.27, 1.14, 1.19 mg,加甲醇溶解到 1 mL,得各对照品储备液。各取 50 μL ,加 50% 甲醇至 1 mL,得混合对照品溶液。

2.4 方法学考察

2.4.1 精密度试验 取同一供试品溶液,连续进样 6 次,检测指纹图谱,采用国家药典委员会“中药色谱指纹图谱相似度评价系统”(2010 年 2.0 版)进行相似度计算,以第 1 次进样所得色谱图参照,以 6 次进样所得的指纹图谱与生成的对照指纹图谱比较,结果显示其相似度均 >0.999,各主要色谱峰的相对保留时间的 RSD 均 >0.2%,相对峰面积的 RSD 均 >1.3%,表明精密度良好。

2.4.2 重复性试验 取同一批号的样品 6 份,按照 2.2 项下方法制备供试品溶液,测定。采用“中药色谱指纹图谱相似度评价系统”进行相似度计算,以 6 次进样所得的指纹图谱与生成的对照指纹图谱比较,结果显示其相似度均 >0.998,各主要色谱峰相对保留时间的 RSD 均 >0.2%,相对峰面积的 RSD 均 >1.8%,表明指纹图谱重复性较好。

2.4.3 稳定性试验 取同一供试品溶液,按 0, 2, 4, 6, 8, 12 h 分别进样,检测指纹图谱,采用“中药色谱指纹图谱相似度评价系统”进行相似度计算,以 6 次进样所得的指纹图谱与生成的对照指纹图谱比较,结果显示其相似度均 >0.992,各主要色谱峰相对保留时间的 RSD 均 >0.1%,相对峰面积的 RSD 均 >0.9%,表明稳定性良好。

2.5 样品测定及色谱峰的指认 取 43 批白及药材样品,按 2.2 项下方法制备供试品溶液,按 2.1 项下

色谱条件依次进样测定,记录色谱图,共获得 20 个共有峰,对其中 9 个共有峰进行了指认。见图 1~3。

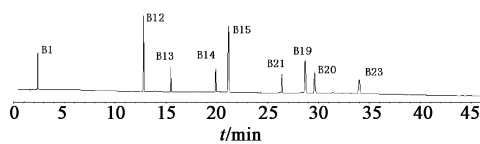


图 1 9 种混合对照品 UPLC

Fig.1 UPLC of mixed standards

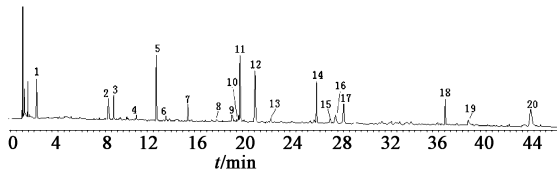


图 2 UPLC 指纹谱的共有模式

Fig.2 Common pattern of UPLC fingerprint

2.6 指纹图谱建立

2.6.1 参比峰的选择 在各批次样品指纹图谱中,11 号峰(1,4-二[4-(葡萄糖氧)苄基]-2-异丁基苹果酸酯)是白及药材的指标成分^[10-11],为所有样品共有,且分离度良好,峰位相对居中,峰面积较大,所以确定 11 号峰为参比峰。

2.6.2 白及药材指纹图谱的相似度评价 采用“中药色谱指纹图谱相似度评价系统”进行相似度

表 1 43 批药材指纹图谱的相似度评价

Table1 Similarities of 43 batches of *Bletillae Rhizoma*

No.	采集地	采集日期	相似度	No.	采集地	采集日期	相似度
S1	贵州正安	2009-10-05	0.866	S23	贵州正安燕岩	2009-10-13	0.926
S2	贵州正安	2009-10-11	0.860	S24	贵州正安燕岩	2009-11-30	0.942
S3	贵州正安	2009-11-02	0.836	S25	贵州正安燕岩	2010-11-22	0.770
S4	贵州正安	2009-04-28	0.876	S26	贵州花溪	2010-02-19	0.872
S5	贵州正安	2006-09-30	0.850	S27	贵州赤水	2011-02-23	0.737
S6	贵州正安格林杨河溪(1#)	2006-11-03	0.743	S28	广西河池(1#)	2012-06-09	0.646
S7	贵州正安格林杨河溪(2#)	2006-11-03	0.777	S29	广西河池(2#)	2012-06-09	0.631
S8	贵州正安格林杨河溪(3#)	2006-11-03	0.801	S30	广西河池(3#)	2012-06-09	0.616
S9	贵州正安格林杨河溪(4#)	2006-11-03	0.842	S31	云南腾冲县	2005-11-06	0.868
S10	贵州正安格林杨河溪(5#)	2006-11-03	0.707	S32	甘肃陇南市	2009-07-02	0.540
S11	贵州正安格林杨河溪(6#)	2006-11-03	0.831	S33	江西樟树	2009-12-03	0.658
S12	贵州正安格林杨河溪(7#)	2006-11-03	0.806	S34	安徽亳州市	2010-02-11	0.897
S13	贵州正安格林杨河溪(8#)	2006-11-03	0.762	S35	广西河池	2012-09	0.887
S14	贵州正安格林杨河溪(9#)	2006-11-03	0.781	S36	贵州正安湄潭茶坪	2012-10-07	0.770
S15	贵州正安格林杨河溪(10#)	2006-11-03	0.858	S37	贵州正安湄潭永合	2012-09-25	0.744
S16	贵州正安格林杨河溪(11#)	2006-11-03	0.827	S38	贵州正安格林	2012-08-16	0.801
S17	贵州正安格林杨河溪(12#)	2006-11-03	0.794	S39	贵州务川洪渡河	2012-07-20	0.831
S18	贵州正安格林杨河溪(1#)	2006-11-03	0.734	S40	重庆市南川区合溪	2012-09	0.735
S19	贵州正安格林杨河溪(13#)	2006-11-03	0.804	S41	贵州正安湄潭坪生	2012-10-20	0.774
S20	贵州正安燕岩	2009-06-30	0.921	S42	云南楚雄	2012-10	0.785
S21	贵州正安燕岩	2009-07-29	0.922	S43	贵州正安湄潭	2012-08-15	0.886
S22	贵州正安燕岩	2009-07-30	0.900				

注:采集地()内编号为区分同一采集地与时间的区别号。

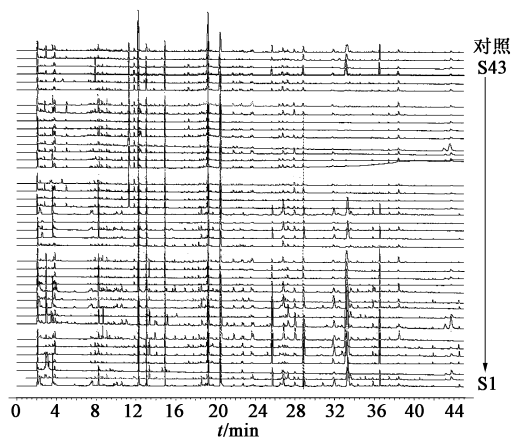


图 3 白及药材 UPLC 指纹谱

Fig.3 UPLC fingerprints of *Bletilla striata*

计算,以样品 S40 进样所得色谱图为参照,生成对照指纹图谱,其余批次进样所得色谱图与对照指纹图谱相比较,43 批药材的相似度在 0.540~0.942,见表 1。甘肃、广西、江西樟树产白及与贵州产白及的指纹图谱差异相对较大,而四川、重庆和云南产白及与贵州产白及的指纹图谱差异相对较小,可能原因是受自然气候和地质的影响而导致。

2.6.3 聚类分析 对 43 个产地的白及药材进行指纹图谱分析,获得包括 11 号峰的 20 个共有色谱峰,将各个共有峰相对于参比峰的峰面积量化,见表 2。

表 2 20 个共有色谱峰的相对峰面积

Table 2 Relative peak areas of 20 common chromatographic peaks

No.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	12	13	14	15	16	17	18	19	20
S1	0.266	0.049	0.009	0.010	1.13	0.074	0.385	0.025	0.038	0.039	0.113	0.007	0.143	0.020	0.112	0.026	0.186	0.014	0.108
S2	0.293	0.051	0.009	0.010	1.33	0.096	0.342	0.026	0.044	0.041	0.139	0.013	0.111	0.034	0.064	0.021	0.144	0.022	0.096
S3	0.207	0.046	0.026	0.006	0.285	0.106	0.174	0.019	0.009	0.091	0.209	0.018	0.034	0.089	0.064	0.013	0.019	0.072	0.036
S4	0.310	0.037	0.045	0.008	1.89	0.266	0.083	0.019	0.018	0.015	0.565	0.067	0.051	0.181	0.025	0.032	0.185	0.147	0.016
S5	41.5	2.52	2.54	2.59	193	16.9	18.1	3.07	2.08	136	0.846	3.73	12.2	11.0	8.687	2.72	53.5	6.9	7.25
S6	0.183	0.234	0.047	0.050	0.111	0.092	0.267	0.019	0.050	0.114	0.515	0.013	0.016	0.057	0.052	0.070	0.013	0.052	0.035
S7	0.072	0.271	0.029	0.083	0.107	0.086	0.353	0.036	0.049	0.100	0.559	0.026	0.036	0.036	0.017	0.062	0.024	0.054	0.065
S8	0.267	0.145	0.018	0.029	0.225	0.129	0.227	0.016	0.038	0.095	1.27	0.058	0.016	0.071	0.057	0.163	0.010	0.124	0.019
S9	0.023	0.034	0.037	0.014	0.257	0.111	0.256	0.020	0.037	0.109	0.737	0.028	0.011	0.073	0.045	0.099	0.006	0.080	0.030
S10	0.349	0.158	0.020	0.026	0.208	0.119	0.215	0.044	0.093	0.090	0.901	0.050	0.007	0.107	0.027	0.076	0.023	0.099	0.121
S11	4.44	1.51	0.327	0.775	5.60	2.79	5.58	0.647	1.34	22.9	24.2	1.02	0.417	2.65	0.474	1.833	0.238	1.892	1.720
S12	0.121	0.044	0.011	0.087	0.172	0.092	0.290	0.018	0.053	0.119	0.994	0.026	0.007	0.096	0.020	0.112	0.007	0.094	0.115
S13	0.121	0.044	0.011	0.087	0.172	0.092	0.290	0.018	0.053	0.119	0.994	0.026	0.007	0.096	0.020	0.112	0.007	0.094	0.115
S14	0.001	0.060	0.018	0.014	0.174	0.073	0.253	0.032	0.010	0.115	0.635	0.056	0.015	0.071	0.049	0.041	0.004	0.090	0.588
S15	9.01	2.12	1.22	1.50	10.8	4.342	7.372	1.24	0.664	29.4	27.9	1.030	0.299	4.98	0.743	1.73	0.533	2.816	1.748
S16	0.340	0.036	0.045	0.012	0.191	0.123	0.221	0.130	0.079	0.112	0.865	0.050	0.022	0.123	0.012	0.038	0.023	0.109	0.130
S17	0.289	0.034	0.028	0.014	0.126	0.091	0.287	0.112	0.059	0.143	0.543	0.021	0.023	0.087	0.015	0.020	0.012	0.069	0.132
S18	0.384	0.192	0.050	0.034	0.258	0.146	0.230	0.016	0.081	0.072	1.208	0.064	0.010	0.158	0.045	0.149	0.005	0.120	0.114
S19	14.2	4.65	3.25	3.91	22.2	10.2	13.6	3.68	3.22	57.4	82.9	4.52	4.39	8.26	1.40	6.21	1.41	9.40	6.65
S20	0.168	0.001	0.021	0.008	0.706	0.144	0.129	0.027	0.010	0.075	0.333	0.038	0.079	0.079	0.079	0.013	0.057	0.091	0.019
S21	18.8	2.97	2.10	0.642	82.5	14.7	16.3	5.35	1.74	99.8	48.4	5.92	11.3	12.8	2.63	1.19	19.6	10.99	5.04
S22	0.152	0.029	0.016	0.011	0.579	0.141	0.190	0.039	0.017	0.070	0.453	0.049	0.053	0.080	0.100	0.012	0.032	0.115	0.125
S23	0.173	0.030	0.029	0.009	0.721	0.227	0.209	0.082	0.020	0.071	0.742	0.056	0.050	0.203	0.061	0.032	0.012	0.128	0.084
S24	0.207	0.038	0.020	0.019	0.796	0.133	0.185	0.093	0.040	0.080	0.533	0.034	0.027	0.097	0.058	0.019	0.036	0.074	0.101
S25	0.456	0.075	0.016	0.024	0.266	0.065	0.246	0.011	0.054	0.124	0.067	0.019	0.068	0.062	0.028	0.017	0.258	0.020	0.146
S26	0.248	0.268	0.009	0.047	0.635	0.103	0.219	0.010	0.091	0.091	0.137	0.010	0.164	0.048	0.043	0.064	0.076	0.027	0.186
S27	0.460	0.356	0.229	0.071	0.744	0.069	0.202	0.062	0.159	0.159	1.03	0.079	0.588	0.103	0.224	0.442	0.289	0.067	0.660
S28	0.151	0.021	0.010	0.017	1.041	0.122	0.167	0.061	0.021	0.060	0.161	0.022	0.631	0.047	0.045	0.008	0.547	0.037	0.086
S29	0.158	0.096	0.006	0.014	0.865	0.082	0.168	0.018	0.030	0.030	0.244	0.032	0.618	0.065	0.023	0.075	0.549	0.033	0.082
S30	10.6	4.10	0.612	1.44	72.0	8.09	11.5	2.96	1.80	69.5	14.8	1.88	52.1	3.108	2.95	0.416	34.3	2.29	2.50
S31	0.187	0.108	0.034	0.027	1.443	0.117	0.160	0.015	0.029	0.065	0.313	0.022	0.264	0.096	0.026	0.065	0.293	0.071	0.005
S32	0.416	0.350	0.020	0.113	0.879	0.102	0.305	0.012	0.049	0.049	0.676	0.042	0.294	0.670	0.065	0.222	0.260	0.086	1.007
S33	0.175	0.087	0.002	0.020	0.546	0.035	0.261	0.006	0.031	0.031	0.166	0.013	0.222	0.084	0.434	0.042	0.076	0.017	0.254
S34	0.133	0.057	0.016	0.009	1.534	0.121	0.143	0.009	0.052	0.052	0.478	0.057	0.115	0.335	0.192	0.065	0.110	0.104	0.134
S35	0.011	0.001	0.010	0.017	0.848	0.111	0.155	0.063	0.017	0.056	0.103	0.014	0.570	0.042	0.032	0.046	0.434	0.024	0.391
S36	0.264	0.018	0.034	0.037	0.162	0.137	0.251	0.065	0.045	0.097	0.551	0.050	0.066	0.076	0.049	0.026	0.021	0.077	1.974
S37	0.197	0.029	0.029	0.012	0.730	0.165	0.174	0.154	0.131	0.069	0.020	0.040	0.048	0.148	0.045	0.025	0.032	0.064	2.124
S38	0.240	0.059	0.026	0.179	0.152	0.091	0.266	0.105	0.044	0.086	0.209	0.042	0.065	0.018	0.089	0.037	0.045	0.058	3.717
S39	0.195	0.025	0.022	0.017	0.604	0.154	0.177	0.172	0.051	0.082	0.450	0.044	0.016	0.198	0.040	0.024	0.010	0.104	0.461
S40	0.297	0.031	0.000	0.008	0.770	0.154	0.214	0.165	0.021	0.100	0.193	0.049	0.066	0.204	0.059	0.055	0.069	0.110	2.376
S41	2.570	0.032	0.068	0.037	0.160	0.205	0.248	0.057	0.045	0.088	0.403	0.049	0.065	0.075	0.048	0.033	0.020	0.076	1.95
S42	0.197	0.263	0.009	0.047	0.690	0.103	0.219	0.010	0.091	0.091	0.137	0.010	0.164	0.048	0.043	0.064	0.076	0.027	0.228
S43	1.870	0.118	0.061	0.037	0.160	0.275	0.248	0.057	0.045	0.153	0.403	0.049	0.065	0.075	0.048	0.084	0.203	0.038	2.492

注:峰 11 相对峰面积为 1.00。

采用 SPSS 19.0 统计分析软件中系统聚类法中离差平方和法(Ward 法),选取平方 Euclidean 距离作为样品测度,对 43 批白及药材进行聚类分析,绘出树状图。在距离 10 内,可将 43 批药材分为 2 类,见图 4。S5, S19, S21, S30 明显单独聚为一类,说明与其他产地的药材存在一定的差异,直观分析这两类药材的指纹图谱色谱峰的相对峰面积可以发现这一类药材的指纹图谱中 5, 10, 11, 12, 14, 18 号峰的相对峰面积明显大于另一类药材中有该峰峰面积,初步猜测这是造成这两批药材分开的主要原因之一。

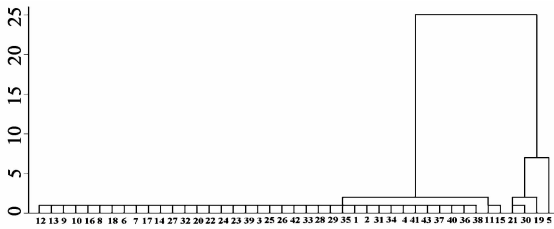


图 4 43 批白及药材聚类树状关系
Fig. 4 Dendrogram of 43 batches of Bletillae Rhizoma

2.6.4 主成分分析 分别将 20 个色谱峰的峰面积/20 个色谱峰的峰面积总和,得到 43 批药材中 20 个色谱峰的标准化的数据,采用 The Unscrambler X 10.1 统计软件进行主成分分析。主成分 1(PC1)和主成分 2(PC2)的累计方差贡献率为 73%,表明主成分 1 和主成分 2 能够代表 20 个指标在 43 批药材中的基本信息,并将 43 批药材划分为四类,见图 5。为了寻找样品组间差异,做 20 个指标的载荷图,见图 6,主成分分析结果发现 5 号峰(B12), 10 号峰, 11 号峰(B14)和 12 号峰(B15), 14 号峰(B21)和 18 号峰(B23)是造成 43 批次白及药材差异性的关键指标^[12-13],与聚类分析结果一致。其中 5 个峰已经指认,10 号峰尚未知结构,待需进一步研究。

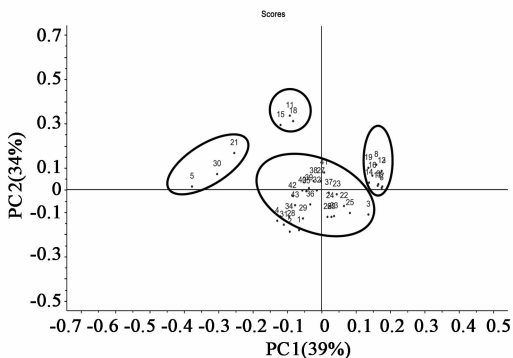


图 5 43 批白及样品主成分得分
Fig. 5 PCA score diagram of 43 batches of Bletillae Rhizoma

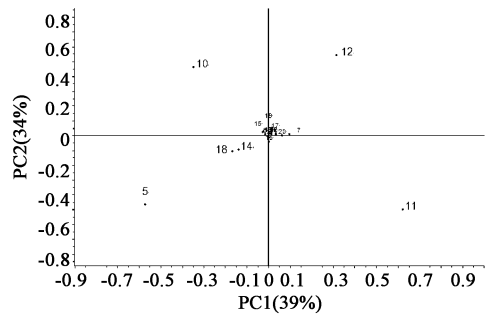


图 6 43 批样品中 20 个指标的载荷
Fig. 6 Loading diagram of 20 indexes in 43 batches of samples

3 讨论

以不同体积分数甲醇为提取溶剂分别考察了加热回流提取和超声提取(250 W, 23 ~ 29 kHz)的方法,并分别考察了提取时间,结果以 50% 甲醇加热回流提取 2 h 时,所测得的成分提取较为完全。同时通过 PDA 检测器在 190 ~ 400 nm 扫描,结果 280 nm 处色谱图的色谱峰最多、基线噪音较低,各成分分离情况相对较好,因此选择 280 nm 作为检测波长。

在建立 UPLC 指纹图谱基础上,通过聚类分析和主成分的载荷图找出了影响样品分组的 6 个差异性较大的成分。这样能更全面地反映出样品与样品、样品与变量之间关系。有文献报道该类化合物具有一定的活性作用^[9,14],提示其可能为白及发挥药效作用的主要活性物质群。

本试验建立了白及药材 UPLC 指纹图谱,明显缩短了分析时间,样品的出峰数目、强度及分离度均较理想,可以较全面反映样品的化学成分信息,符合指纹图谱研究的技术要求,进一步结合相似度计算、聚类分析和 PCA 对指纹图谱进行综合评价,使得结果更科学、更全面、更准确,对药材的质量控制具有重要意义。

[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,2015:103.
[2] 林福林,杨昌云,杨薇薇,等. 中药白及的现代研究概况[J]. 中国医院药学杂志,2013,33(7):571-573.
[3] 苏钦,邱斌,李云. 滇产白及类习用药材资源调查及市场利用评价[J]. 中国野生植物资源,2014,33(5):49-52.
[4] 谢彦,曾和平,李红,等. 色谱指纹图谱在中药质量控制中的应用研究[J]. 现代食品与药品杂志,2007,17(1):6-10.
[5] 陈黎,黄良永,毛闪闪,等. 鄂西北地区白及高效液相

- 指纹图谱研究[J]. 中国医院药学杂志, 2014, 34(2): 105-109.
- [6] 郑江萍, 雷震, 黄良永. 白及药材 HPLC 指纹图谱研究[J]. 中国药师, 2013, 16(11): 1611-1614.
- [7] 杨顺丽, 杨枝中, 李龙, 等. 白及薄层色谱鉴别方法的改进和高效液相指纹图谱研究[J]. 云南中医学院学报, 2015, 38(5): 41-45.
- [8] 吕林锋, 蒋永海, 钟宁远, 等. 浙产组培苗大田栽培白及的 HPLC 指纹图谱质量评价研究[J]. 医药, 2015(19): 149.
- [9] 任华忠, 何毓敏, 杨丽. 白及化学成分其药理活性研究进展[J]. 亚太传统医药, 2009, 5(2): 134-140.
- [10] 王爱民, 焉燕, 兰波, 等. UPLC 同时测定白及药材中 9 种指标成分的含量[J]. 中国中药杂志, 2014, 39(11): 2051-2054.
- [11] 何迅, 王爱民, 李勇军, 等. HPLC 测定白及中 militarine 含量[J]. 中国中药杂志, 2009, 34(16): 2076-2078.
- [12] Liu H T, Zhang J, Li X B, et al. Chemical analysis of twelve lignans in the fruit of schisandra sphenanthera by HPLC-PAD-MS[J]. Phytomedicine, 2012, 19(13): 1234-1241.
- [13] Chen H J, Li X, Chen J W, et al. Simultaneous determination of eleven bioactive compounds in saurus chinensis from different harvesting seasons by hplc-dad[J]. J Pharmaceut Biomed, 2010, 51(5): 1142-1146.
- [14] 汤逸飞, 阮川芬, 应晨, 等. 白及属植物化学成分与药理作用研究进展[J]. 中草药, 2014, 45(19): 2864-2871.
- [责任编辑 顾雪竹]

《中国实验方剂学杂志》入选“2015—2016 RCCSE 中国核心学术期刊”

由武汉大学中国科学评价研究中心(RCCSE)、武汉大学图书馆、中国科教评价网(www.nseac.com)共同研制的第4版《RCCSE 中国学术期刊评价研究报告——权威、核心学术期刊排行榜(2015—2016)》已于2015年1月13日公布,《中国实验方剂学杂志》被评定为“RCCSE 中国核心学术期刊(A)”,在参评的112本中医学与中药学类期刊中综合排名第15名。

本次学术期刊评价在重点突出期刊学术影响力的同时,也注重了对期刊网络传播效率和期刊即时反应速率的考察,主要评价指标有:总被引频次、2年影响因子、即年指标、基金论文比、Web即年下载率、二次文献转载量(或国外重要数据库收录情况)和专家定性评价。参评期刊共6201种,排名前5%的“RCCSE 中国权威学术期刊”(A⁺)316种,排名前5%~20%的“RCCSE 中国核心学术期刊”(A)和排名前20%~30%的“RCCSE 中国核心学术期刊(扩展版)”(A⁻)共1572种,准核心的学术期刊1848种(B⁺),一般期刊1828(B)种,较差期刊637种(C)。

“RCCSE 中国核心学术期刊”是继“中文核心期刊(北大)”和“中国科技核心期刊”之后国内推出的又一核心期刊评价体系,极具影响力和权威性。