

巴戟天及根皮与木心 UPLC 特征指纹图谱与化学模式识别方法研究

张志鹏, 梁丽金, 徐 杰, 林伟雄, 丁 青, 钟文峰, 鲁 云*

广东一方制药有限公司, 广东省中药配方颗粒企业重点实验室, 广东 佛山 528244

摘要:目的 建立基于 UPLC 特征指纹图谱-化学模式识别方法研究巴戟天 *Morindae Officinalis Radix* 及根皮与木心的差异性。方法 采用 UPLC 技术建立巴戟天根皮与木心环烯醚萜类和寡聚糖类特征指纹图谱, 结合相似度分析、方差分析、聚类分析、主成分分析 (PCA) 进行化学模式识别研究。结果 分别建立了巴戟天及根皮与木心环烯醚萜类和寡聚糖类 UPLC 特征指纹图谱, 并分别确定了 12 个和 20 个共有峰, 巴戟天根皮与木心 UPLC 特征指纹图谱差异性明显。结论 巴戟天环烯醚萜类和寡聚糖类 UPLC 特征指纹图谱-化学模式识别方法分析能够整体、全面、真实地反映出巴戟天根皮与木心的差异性, 为巴戟天去木心必要性提供了依据。

关键词: 巴戟天; 根皮; 木心; 环烯醚萜类; 寡聚糖类; UPLC 特征指纹图谱; 化学模式识别; 水晶兰苷; 去乙酰基车叶草苷酸

中图分类号: R286.2 文献标志码: A 文章编号: 0253-2670(2020)13-3554-07

DOI: 10.7501/j.issn.0253-2670.2020.13.025

Identification of *Morindae Officinalis Radix* root cortex and woody core based on UPLC characteristic chromatogram and chemical pattern recognition method

ZHANG Zhi-peng, LIANG Li-jin, XU Jie, LIN Wei-xiong, DING Qing, ZHONG Wen-feng, LU Yun

Guangdong Key Laboratory of Traditional Chinese Medicine Formula Granule, Guangdong Yifang Pharmaceutical Co., Ltd., Foshan 528244, China

Abstract: Objective A method for identification of root cortex and woody core of *Morindae Officinalis Radix* (MOR) was established based on Ultra Performance Liquid Chromatography (UPLC) characteristic chromatogram and chemical pattern recognition technique. **Methods** Using UPLC technique, the characteristic chromatograms of iridoids and oligosaccharides of root cortex and woody core of MOR were established, combined with the similarity analysis, variance analysis, cluster analysis, principal component analysis (PCA) methods for chemical pattern recognition research. **Results** The UPLC characteristic chromatograms of iridoids and oligosaccharides of different parts of MOR were established, and 12 and 20 common characteristic peaks were confirmed, respectively. The UPLC characteristic chromatograms of root cortex and woody core of MOR were obviously different. **Conclusion** UPLC characteristic chromatograms of iridoids and oligosaccharides of MOR combined with chemical pattern recognition analysis method can reflect the difference of root cortex and woody core of MOR integrally, comprehensively and truly, which provides more sufficient basis for the necessity of removing woody core from MOR.

Key words: *Morindae Officinalis Radix*; root cortex; woody core; iridoids; oligosaccharides; UPLC characteristic chromatogram; chemical pattern recognition; monotropein; deacetylasperulosidic acid

巴戟天是著名的四大南药之一, 为茜草科植物巴戟天 *Morinda officinalis* How 的干燥根, 味甘、辛, 性微温, 具有补肾阳、强筋骨、祛风湿的功效, 临床上主要用于治疗阳痿遗精、宫冷不孕、月经不调、少腹冷痛、风湿痹痛、筋骨痠软等症^[1]。研究表明巴戟天化学成分主要有糖类、萜类、环烯醚萜类等^[2]。

自古以来, 巴戟天的净制多数为去木心入药, 认为“去心者除烦”^[3], 也有不去心应用的记载^[4]。现今一般认为巴戟天木心为非药用部位或质次部位而除去, 以保证饮片质量和药效, 但去心与否的药性、功能、主治及其应用范围是否一致, 并无严格区分^[5]。为了研究巴戟天去心的合理性, 多数学者

收稿日期: 2019-11-03

基金项目: 广东省科技计划项目 (2018B030323004); 广东特支计划科技领军人才项目 (2017TY04R197)

作者简介: 张志鹏 (1990—), 男, 硕士, 从事中药饮片及配方颗粒质量标准研究。Tel: (0757)85128604 E-mail: zhangzp0909@163.com

*通信作者 鲁 云 Tel: (0757)85128604 E-mail: lainyz2015@163.com

主要通过紫外色谱 (UV)、薄层色谱 (TLC)、高效液相色谱 (HPLC) 等方法来研究巴戟天与炮制去木心主要化学成分的差异性, 结果表明巴戟天经炮制去木心后化学成分含量有一定的差别^[6-10]。然而仅从单一化学成分定量来评价去心合理性存在一定的局限性, 而通过指纹或特征指纹图谱能比较全面地反映中药整体性化学成分的差异信息, 可以更全面地表征巴戟天不同部位的差异性。目前, 已有巴戟天药材指纹或特征指纹图谱研究的相关文献报道^[11-13], 但关于巴戟天及根皮与木心的指纹或特征指纹图谱比较研究较少。本实验通过建立巴戟天环烯醚萜类和寡聚糖类成分 UPLC 特征指纹图谱检测方法, 结合相似度分析、方差分析、聚类分析、主成分分析 (PCA) 进行化学模式识别分析, 建立基于 UPLC 特征指纹图谱-化学模式识别方法, 研究巴戟天根皮与木心环烯醚萜类和寡聚糖类特征指纹图谱的差异性, 为巴戟天除去木心必要性提供更充分的依据。

1 仪器与试药

1.1 仪器

H-Class 型超高效液相色谱仪 (Waters 公司), TUV 检测器 (Waters 公司), Empower 工作站; Thermo Vanquish 型超高效液相色谱仪 (Thermo 公司), CAD 检测器 (Thermo 公司), Thermo 工作站; ME204E 型万分之一天平 (Mettler Toledo 公司); XP26 型百万分之一天平 (Mettler Toledo 公司); 111B 型二两装高速中药粉碎机 (浙江瑞安市永历制药机械有限公司); 数控 KQ-500DE 型超声清洗器 (昆山市超声仪器有限公司); MilliQ Direct 8 型超纯水机 (默克密理博公司)。

1.2 试药

水晶兰苷 (质量分数 $\geq 95.3\%$, 批号 111870-201303), 耐斯糖 (质量分数 $\geq 92.2\%$, 批号 111891-201704), 蔗糖 (质量分数 $\geq 99.0\%$, 批号 111507-201704), 巴戟天寡糖 5 聚糖 (质量分数 $\geq 94.2\%$, 批号 111965-201501) 均购自中国食品药品检定研究院; 去乙酰基车叶草苷酸 (四川维克奇生物科技有限公司, 质量分数 $\geq 96\%$, 批号 wkq18051706), 蔗果三糖 (上海诗丹德标准技术服务有限公司, 质量分数 $\geq 98\%$, 批号 470-69-9); 甲醇、乙腈为色谱纯 (默克公司), 磷酸为色谱纯 (天津市科密欧化学试剂有限公司), 水为超纯水, 其他试剂均为分析纯。巴戟天药材共 10 批, 产地见表 1, 经广东一方制药

表 1 巴戟天药材产地及来源

Table 1 Origins and sources of *Morindae Officinalis Radix*

编号	产地	编号	产地
1	广东肇庆高要禄步镇	6	广东肇庆德庆古河镇
2	广东肇庆高要禄步镇	7	广东云浮郁南千官镇
3	广东肇庆高要河台镇	8	广东云浮郁南六方镇
4	广东肇庆高要河台镇	9	广东云浮郁南大金镇
5	广东肇庆高要河台镇	10	福建漳州南靖和溪镇

有限公司魏梅主任药师鉴定为茜草科植物巴戟天 *Morinda officinalis* How. 的根。

2 方法与结果

2.1 样品制备

取巴戟天药材, 除去杂质, 得巴戟天饮片, 编号为 Y1~Y10; 取巴戟天药材, 除去杂质, 将根皮与木心完全分离, 分别得到根皮, 编号为 R1~R10; 木心, 编号为 M1~M10。

2.2 巴戟天中环烯醚萜类成分指纹图谱检测方法

2.2.1 色谱条件 YMC Triart C₁₈ 色谱柱 (100 mm × 2.1 mm, 1.9 μm); 以甲醇 (A)-0.1% 磷酸溶液 (B) 为流动相, 梯度洗脱 (0~1 min, 3% A; 1~6 min, 3%~10% A; 6~14 min, 10%~41% A); 柱温 35 °C; 检测波长 235 nm; 体积流量 0.4 mL/min; 进样量 1 μL。

2.2.2 对照品溶液的制备 分别取水晶兰苷、去乙酰基车叶草苷酸对照品适量, 精密称定, 置 25 mL 量瓶中, 加 10% 甲醇制成含水水晶兰苷 78.832 μg/mL、去乙酰基车叶草苷酸 118.31 μg/mL 的混合对照品溶液, 即得。

2.2.3 供试品溶液的制备 取样品粉末 (过三号筛) 约 0.5 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入 10% 甲醇 50 mL, 称定质量, 超声处理 (功率 250 W, 频率 45 kHz) 30 min, 取出放冷, 再称定质量, 用 10% 甲醇补足减失的质量, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

2.2.4 精密度试验 精密吸取供试品溶液 (Y1), 按“2.2.1”项下色谱条件连续进样 6 次, 计算特征指纹图谱各特征峰相对保留时间及相对峰面积, 其 RSD 分别在 0~0.38% 和 0~4.36%, 表明仪器精密度良好, 符合特征指纹图谱研究技术的要求。

2.2.5 重复性试验 取编号样品 (Y1), 平行 6 份, 精密称定, 按“2.2.3”项下方法制备供试品溶液, 按“2.2.1”项下色谱条件分别进行测定, 计算特征指纹图谱各特征峰相对保留时间及相对峰面积, 其

RSD 分别在 0~0.14% 和 0~2.07%，表明该方法重复性良好，符合特征指纹图谱研究技术的要求。

2.2.6 稳定性试验 精密吸取供试品溶液 (Y1)，按“2.2.1”项下色谱条件，分别在 0、2、5、9、13、17 h 进样测定，计算特征指纹图谱各特征峰相对保留时间及相对峰面积，其 RSD 分别在 0~4.00% 和 0~4.40%，表明供试品溶液在 17 h 内稳定，符合特征指纹图谱研究技术的要求。

2.3 巴戟天中寡聚糖类特征指纹图谱检测方法

2.3.1 色谱条件 Waters Acquity UPLC BEH Amide 色谱柱 (100 mm×2.1 mm, 1.7 μm); 以乙腈 (A)-水溶液 (B) 为流动相，梯度洗脱 (0~1 min, 90%~81% A; 1~7 min, 81%~76% A; 7~13 min, 76%~67% A; 13~30 min, 67%~49% A); 电喷雾化学检测器; 柱温 35 ℃; 体积流量 0.4 mL/min; 进样量 1 μL。

2.3.2 对照品溶液的制备 分别取蔗糖、蔗果三糖、耐斯糖、巴戟天寡糖 5 聚糖对照品适量，精密称定，置 25 mL 量瓶中，加 3% 甲醇制成含蔗糖 185.400 μg/mL、蔗果三糖 88.788 μg/mL、耐斯糖 78.665 μg/mL、巴戟天寡糖 5 聚糖 80.447 μg/mL 的混合对照品溶液，即得。

2.3.3 供试品溶液的制备 取样品粉末 (过三号筛) 约 0.5 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 3% 甲醇 50 mL，称定质量，超声处理 (功率 250 W，频率 45 kHz) 30 min，取出放冷，再称定质量，用 3% 甲醇补足减失的质量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

2.3.4 精密度试验 精密吸取供试品溶液 (Y8)，按“2.3.1”项下色谱条件连续进样 6 次，计算特征指纹图谱各特征峰相对保留时间及相对峰面积，其 RSD 分别在 0~0.12% 和 0~1.46%，表明仪器精密度良好，符合特征指纹图谱研究技术的要求。

2.3.5 重复性试验 取样品 (Y8) 平行 6 份，精密称定，按“2.3.3”项下方法制备供试品溶液，按“2.3.1”项下色谱条件分别进行测定，计算特征指纹图谱各特征峰相对保留时间及相对峰面积，其 RSD 分别在 0~0.10% 和 0~1.08%，表明该方法重复性良好，符合特征指纹图谱研究技术的要求。

2.3.6 稳定性试验 精密吸取供试品溶液 (Y8)，按“2.3.1”项下色谱条件，分别在 0、3、7、12、18、24 h 进样测定，计算特征指纹图谱各特征峰相对保留时间及相对峰面积，其 RSD 分别在 0~0.16%

和 0~3.83%，表明供试品溶液在 24 h 内稳定，符合特征指纹图谱研究技术的要求。

2.4 巴戟天中环烯醚萜类特征指纹图谱的建立

2.4.1 特征指纹图谱的建立 将 10 批巴戟天饮片，按“2.2.3”项下方法制备供试品溶液，按“2.2.1”项条件测定并记录色谱图，分别导入《中药色谱指纹图谱相似度评价软件》(2012A) 生成巴戟天环烯醚萜类共有对照特征指纹图谱，共确定了 12 个共有特征峰，通过对照品指认，确定了峰 4、5 分别为水晶兰苷和去乙酰基车叶草苷酸，并以峰 4 水晶兰苷作为参照峰，如图 1 所示。

2.4.2 特征指纹图谱结果分析 分别取 10 批巴戟天不同部位样品，按“2.2.3”项下方法制备供试品溶液，按“2.2.1”项下色谱条件进样测定并记录色谱图。将色谱图分别导入《中药色谱指纹图谱相似度评价系统》(2012A)，分别得到环烯醚萜类特征指纹图谱，如图 2~4 所示；计算 10 批巴戟天环烯醚萜类特征指纹图谱与各自生成的共有对照特征指纹图谱的相似度，结果见表 2，发现不同产地、不同部位样品相似度均较高。巴戟天不同部位环烯醚萜类共有对照特征指纹图谱相似度巴戟天与根皮较高，巴戟天与木心次之，根皮与木心相对较低。

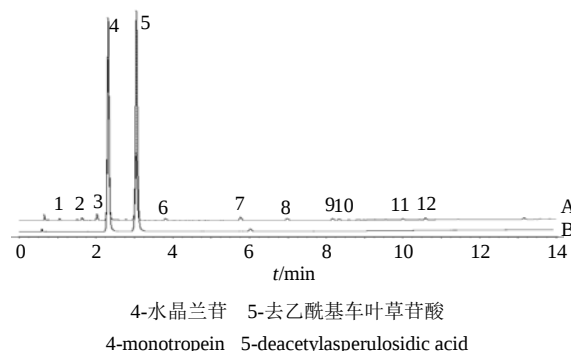


图 1 巴戟天环烯醚萜类共有对照特征指纹图谱 (A) 及混合对照品 (B)

Fig. 1 Reference characteristic chromatograms of iridoids of MOR (A) and mixed reference substances (B)

2.5 巴戟天中寡聚糖类特征指纹图谱建立

2.5.1 特征指纹图谱的建立 将 10 批巴戟天饮片，按“2.3.3”项下方法制备供试品溶液，按“2.3.1”项条件测定并记录色谱图，分别导入《中药色谱指纹图谱相似度评价软件》(2012A) 生成巴戟天寡聚糖类共有对照特征指纹图谱，共确定了 20 个共有特征峰，通过对照品指认，确定了峰 1~4 分别为蔗糖、蔗果三糖、耐斯糖、巴戟天寡糖 5 聚糖，并以峰 3 耐斯糖作为参照峰，如图 5 所示。

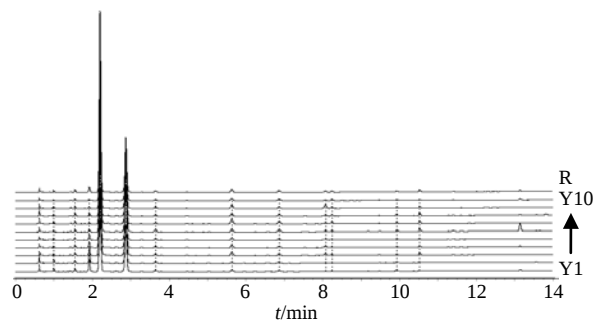


图 2 10 批巴戟天 UPLC 环烯醚萜类特征指纹图谱及共有对照特征指纹图谱 (R)

Fig. 2 UPLC characteristic chromatograms of iridoids of 10 batches of MOR and reference characteristic chromatograms (R)

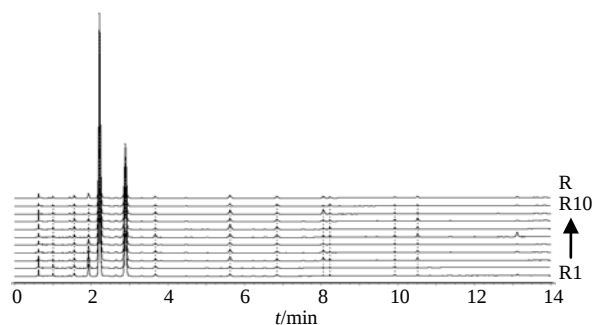


图 3 10 批巴戟天根皮 UPLC 环烯醚萜类特征指纹图谱及共有对照特征指纹图谱 (R)

Fig. 3 UPLC characteristic chromatograms of iridoids of 10 batches of MOR root cortex and reference characteristic chromatograms (R)

2.5.2 特征指纹图谱结果分析 分别取 10 批巴戟天不同部位的样品,按照“2.3.3”项下方法制备供试品溶液,按“2.3.1”项下色谱条件进样测定并记录色谱图。将色谱图分别导入《中药色谱指纹图谱相似度评价系统》(2012A),分别得到寡聚糖类特征指纹图谱,如图 6~8 所示;计算 10 批巴戟天寡聚糖类特征指纹图谱与各自生成的共有对照特征指纹图谱的相似度,结果见表 3,发现不同产地、不同部位样品相似度均较高。巴戟天不同部位寡聚糖

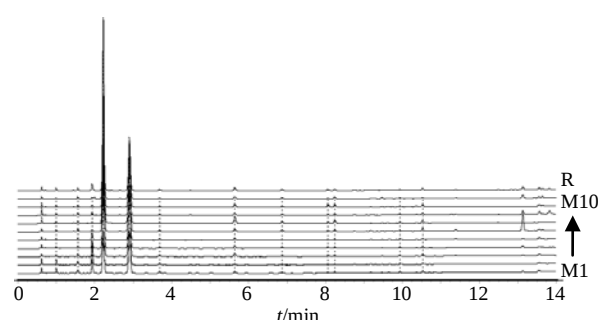


图 4 10 批巴戟天木心 UPLC 环烯醚萜类特征指纹图谱及共有对照特征指纹图谱 (R)

Fig. 4 UPLC characteristic chromatograms of iridoids of 10 batches of MOR woody core and reference characteristic chromatograms (R)

类特征指纹图谱共有对照特征指纹图谱相似度巴戟天与根皮较高,巴戟天与木心次之,根皮与木心相对较低。

2.6 数据分析

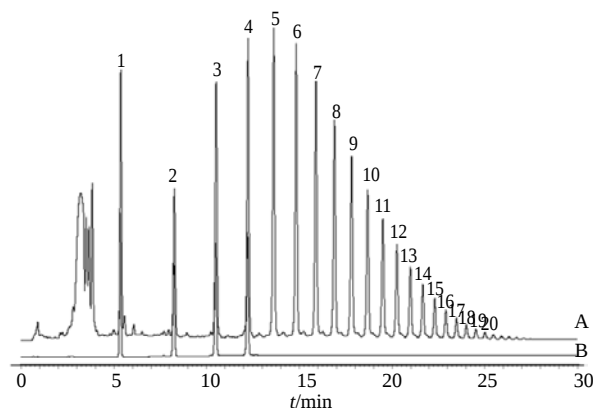
运用 SPSS 20.0、Past 3.0 软件对数据进行方差分析、聚类分析及主成分分析,建立 10 批巴戟天不同部位的聚类分析树状图和 PCA 模型。

2.6.1 方差分析 巴戟天不同部位特征指纹图谱共有峰峰面积方差分析结果见表 4 和表 5,结果显示巴戟天不同部位环烯醚萜苷类特征指纹图谱确定的 12 个共有特征峰及总峰面积,巴戟天与根皮、木心除峰 6 外均无显著性差异,有 4 个共有特征峰分别为峰 4、6、8、11 在根皮与木心之间具有显著性差异。巴戟天不同部位寡聚糖类特征指纹图谱差异性较为明显,在确定的 20 个共有特征峰及总峰面积中,木心除峰 1 (蔗糖)和峰 20 外,其他共有特征峰及总峰面积与巴戟天、根皮均具有显著性差异,其中有 4 个共有特征峰分别为峰 10、12、18、19 在巴戟天、根皮、木心三者之间均具有显著性差异。因此,巴戟天不同部位特征指纹图谱木心与根皮差异性较大,木心与巴戟天次之,根皮与巴戟天差异性相对较小,不同部位寡聚糖类成分较环烯醚萜类成分差异性大。

表 2 10 批巴戟天不同部位环烯醚萜类特征指纹图谱与共有对照特征指纹图谱的相似度结果

Table 2 Similarity of characteristic chromatogram of iridoids between 10 batches of MOR different parts and its reference characteristic chromatogram

批次	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	巴戟天	根皮
巴戟天	0.994	0.934	1.000	0.999	0.988	1.000	0.988	0.998	1.000	0.996	1.000	1.000
根皮	0.996	0.937	1.000	0.999	0.989	1.000	0.989	0.999	1.000	0.996	1.000	1.000
木心	0.970	0.841	1.000	0.996	0.971	0.999	0.974	0.991	0.999	0.998	0.990	0.986



1-蔗糖 2-蔗果三糖 3-耐斯糖 4-巴戟天寡糖 5 聚糖
1-sucrose 2-1-kestose 3-nystose 4-1F-fructofuranosyl nystose

图 5 巴戟天寡聚糖类共有对照特征指纹图谱 (A) 及混合对照品 (B)

Fig. 5 Reference characteristic chromatograms of oligosaccharides of MOR (A) and mixed reference substances (B)

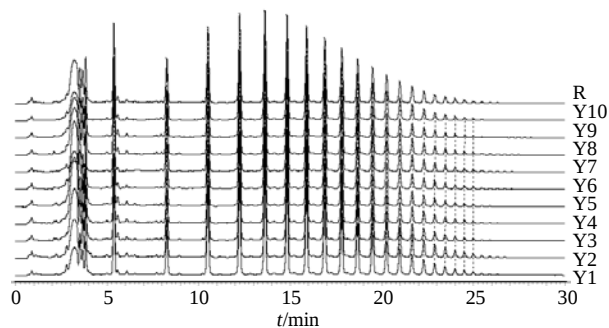


图 6 10 批巴戟天 UPLC 寡聚糖类特征指纹图谱及共有对照特征指纹图谱 (R)

Fig. 6 UPLC characteristic chromatograms of oligosaccharides of 10 batches of MOR and reference characteristic chromatograms (R)

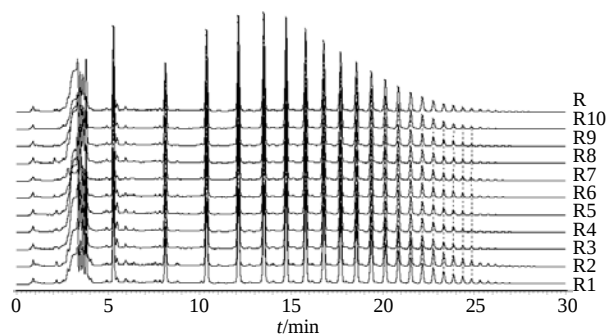


图 7 10 批巴戟天根皮 UPLC 寡聚糖类特征指纹图谱及共有对照特征指纹图谱 (R)

Fig. 7 UPLC characteristic chromatograms of oligosaccharides of 10 batches of MOR root cortex and reference characteristic chromatograms (R)

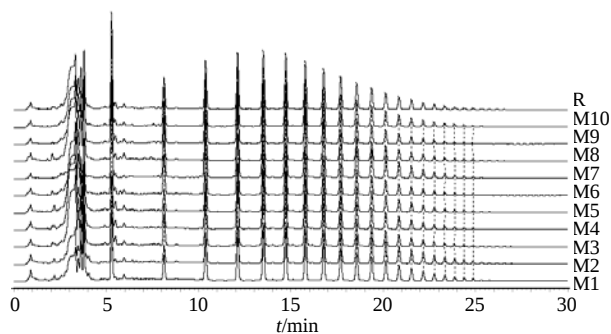


图 8 10 批巴戟天木心 UPLC 寡聚糖类特征指纹图谱及共有对照特征指纹图谱 (R)

Fig. 8 UPLC characteristic chromatograms of oligosaccharides of 10 batches of MOR woody core and reference characteristic chromatograms (R)

2.6.2 聚类分析 对巴戟天不同部位 30 批样本 UPLC 特征指纹图谱数据进行聚类分析, 其聚类分析树状图结果如图 9 所示。分析结果显示, 木心 (除 M7 批次) 可单独聚为一类, 巴戟天和根皮共聚为一类。结果表明, 巴戟天不同部位 UPLC 特征指纹图谱聚类分析可将木心与巴戟天、根皮区分开。

2.6.3 主成分分析 PCA 可以在 UPLC 特征指纹图谱中获得大量的有效信息, 对巴戟天不同部位进行对比分析, 并能在一定的范围内分析造成样本差异的化学成分。分析结果如图 10 所示, 主成分 1 (PC1)、主成分 2 (PC2) 的累积贡献率达到 95%, 远远大于 85%, 说明主成分 1 和 2 能够详细解释说明 95% 原变量信息, 表明所构建的模型预测能力良好。以 PC1 的得分值为横坐标, PC2 的得分值为纵坐标绘制二维得分散点图 (图 10) 可明显显示出木心 (除 M7 批次) 可单独聚集成一类, 巴戟天和根皮共聚集成一类, 并分别集中在不同区域。除 M7 批次外, 木心与巴戟天、根皮之间界线清晰, 木心样本基本聚集在 PC1 得分值的负值区域, 巴戟天和根皮多数在正值区域。结果表明, PCA 得分矢量图可明确表征木心和巴戟天根皮样本之间存在明显差异, 在 PC1 水平上的区别最为显著。因此, PC1 是木心和巴戟天根皮的分类识别变量, 可用于巴戟天木心部位的区分。

3 讨论

通过建立巴戟天不同部位环烯醚萜类和寡聚糖类 UPLC 特征指纹图谱, 结合图谱相似度、方差分析、聚类分析、PCA 方法进行化学模式识别分析, 能将巴戟天木心与巴戟天、根皮进行有效地区分。

表 3 10 批巴戟天不同部位寡聚糖类特征指纹图谱与共有对照特征指纹图谱的相似度结果

Table 3 Similarity of characteristic chromatogram of oligosaccharides between 10 batches of MOR different parts and its reference characteristic chromatogram

批次	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	巴戟天	根皮
巴戟天	0.999	0.994	0.999	0.998	0.997	0.995	0.998	0.999	0.999	0.999	1.000	0.999
根皮	0.996	0.987	0.998	0.998	0.998	0.991	0.998	1.000	0.998	0.999	0.999	1.000
木心	0.995	0.969	0.998	0.987	0.985	0.981	0.993	0.992	0.990	0.984	0.993	0.991

表 4 巴戟天不同部位环烯醚萜类特征指纹图谱共有峰峰面积方差分析 ($\bar{x} \pm s, n = 10$)Table 4 Variance analysis of common characteristic peak area of iridoids characteristic chromatograms of MOR different parts ($\bar{x} \pm s, n = 10$)

样品	相对峰面积						
	峰 1	峰 2	峰 3	峰 4	峰 5	峰 6	峰 7
巴戟天	3.49±1.97a	8.67±1.76a	21.16±20.16a	690.88±265.08ab	342.19±75.94a	8.96±2.87a	17.43±7.74a
根皮	3.39±1.92a	8.61±1.84a	20.87±19.84a	737.96±268.76a	344.76±71.85a	9.82±3.14a	17.23±7.16a
木心	4.72±3.23a	8.38±2.07a	24.06±25.72a	480.76±258.57b	325.38±96.49a	6.41±1.90b	16.64±10.36a

样品	相对峰面积					
	峰 8	峰 9	峰 10	峰 11	峰 12	总峰面积
巴戟天	10.76±3.83ab	7.69±6.68a	5.64±3.27a	4.37±1.55ab	7.77±5.02a	1 129.01±327.91a
根皮	11.30±3.81a	7.65±6.61a	5.16±3.19a	4.63±1.55a	7.50±5.25a	1 178.87±325.40a
木心	7.84±2.98b	5.38±4.36a	7.67±5.16a	3.28±1.23b	8.63±4.95a	899.14±341.14a

同一列中相同字母表示在 0.05 水平上差异不显著, 不具或具不同字母表示在 0.05 水平上差异显著, 下同

In the same column, same letter indicates that there is no significant difference at the 0.05 level, and no or difference letter indicates that there is significant difference at the 0.05 level, same as below

表 5 巴戟天不同部位寡聚糖类特征指纹图谱共有峰峰面积方差分析 ($\bar{x} \pm s, n = 10$)Table 5 Variance analysis of common characteristic peak area of oligosaccharides characteristic chromatograms of MOR different parts ($\bar{x} \pm s, n = 10$)

样品	相对峰面积										
	峰 1	峰 2	峰 3	峰 4	峰 5	峰 6	峰 7	峰 8	峰 9	峰 10	峰 11
巴戟天	6.12±1.36a	4.23±0.76a	7.38±0.98a	8.83±1.08a	8.92±0.96a	8.37±0.80a	7.57±0.73a	6.53±0.64a	5.49±0.57a	4.67±0.46a	3.86±0.49a
根皮	6.25±1.43a	4.52±0.86a	7.91±0.92a	8.87±0.99a	9.42±1.01a	8.83±0.83a	8.01±0.62a	7.01±0.49a	5.94±0.45a	5.12±0.59b	4.06±0.51a
木心	5.57±2.43a	3.02±1.40b	4.76±1.48b	5.31±1.48b	5.62±1.41b	5.26±1.21b	4.69±0.97b	4.01±0.74b	3.33±0.54b	2.89±0.36c	2.19±0.34b

样品	相对峰面积									
	峰 12	峰 13	峰 14	峰 15	峰 16	峰 17	峰 18	峰 19	峰 20	总峰面积
巴戟天	3.08±0.40a	2.38±0.41a	1.79±0.34a	1.31±0.28a	0.94±0.21a	0.66±0.16a	0.46±0.13a	0.30±0.10a	0.18±0.06a	83.06±8.58a
根皮	3.50±0.52b	2.73±0.48a	2.08±0.42a	1.57±0.36a	1.14±0.31a	0.83±0.25a	0.59±0.20b	0.42±0.16b	0.29±0.12b	89.09±6.87a
木心	1.83±0.32c	1.39±0.27b	1.03±0.23b	0.75±0.19b	0.53±0.15b	0.37±0.11b	0.26±0.09c	0.18±0.07c	0.12±0.05a	53.11±10.89b

特征指纹图谱相似度结果与方差分析结果表明, 巴戟天与根皮的相似较高, 根皮与木心的相似度较低, 同巴戟天与根皮的差异性较小, 根皮与木心的差异性较大结果相吻合。聚类分析结果与 PCA 结果表明, 二者均可明确表征木心与巴戟天、根皮样本之间存在明显差异。巴戟天木心强韧、多纤维、枯燥无味, 纵观历代巴戟天的炮制方法, 均除去其

木心^[3], 结合本实验研究结果, 认为现代用药有必要对巴戟天除去木心使用进行明确规定, 确保临床用药的准确。

本实验对巴戟天不同部位的质量占比进行了测定, 结果显示根皮占 80%, 木心占 20%, 根皮在巴戟天所占的比例较大, 使其在聚类分析和 PCA 分析过程中未能与巴戟天较好地完全分开。

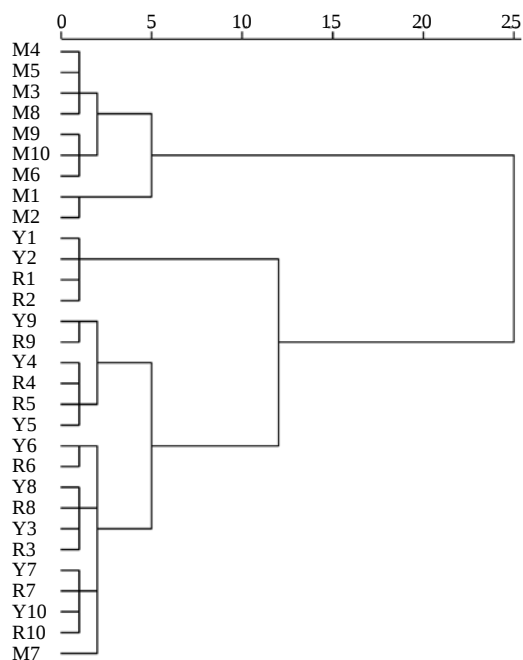


图 9 巴戟天 (Y)、根皮 (R) 和木心 (M) UPLC 特征指纹图谱的聚类分析树状图

Fig. 9 Dendrogram of hierarchical cluster analysis of UPLC characteristic chromatograms of MOR (Y), root cortex (R) and woody core (M)

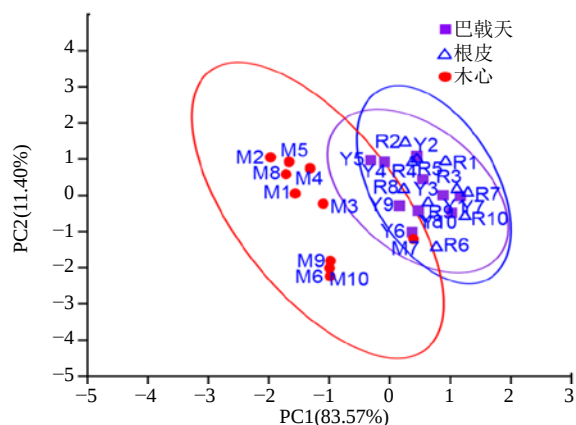


图 10 巴戟天 (Y)、根皮 (R) 和木心 (M) UPLC 特征指纹图谱的二维 PCA 得分散点图

Fig. 10 2D score scatter plot of UPLC characteristic chromatograms of MOR (Y), root cortex (R) and woody core (M) by PCA

本实验建立的巴戟天寡聚糖类和环烯醚萜类 UPLC 特征指纹图谱-化学模式识别方法分析模型能整体、全面、真实地反映巴戟天不同部位的全成分信息。通过多张不同成分、不同部位的 UPLC 特征指纹图谱的建立, 整体全面评价巴戟天去木心的合理性, 更能为临床准确用药及确保临床疗效提供科学依据。研究结果虽然表明巴戟天根皮与木心在特征指纹图谱上存在差异, 但是否与药效学一致, 还有待进一步结合药理学深入研究。

参考文献

- [1] 中国药典 [S]. 一部. 2015.
- [2] 饶鸿宇, 陈滔彬, 何彦, 等. 南药巴戟天化学成分与药理研究进展 [J]. 中南药学, 2018, 16(11): 1567-1574.
- [3] 王晓奇, 刘立维. 巴戟天的炮制历史沿革 [J]. 中成药, 1994(4): 26.
- [4] 缪希雍. 先醒斋医学广笔记 [M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1959.
- [5] 王作明, 孙立立, 王琦. 有关巴戟天炮制的古文献分析 [J]. 时珍国医国药, 2001, 12(1): 1131-1132.
- [6] 李赛. 巴戟天根皮与木心化学成分的比较 [J]. 中药通报, 1988(2): 17-19.
- [7] 徐吉银, 梁英娇, 丁平. 炮制方法对巴戟天有效成分水晶兰苷含量的影响 [J]. 中药材, 2007, 30(1): 20-22.
- [8] 陈娥, 周灿, 廖莎, 等. 不同炮制去心法对巴戟天游离蒽醌含量的影响 [J]. 中国药师, 2015, 18(11): 1985-1986.
- [9] 狄士文, 周灿, 廖莎, 等. 不同炮制去心法对巴戟天多糖含量的影响 (I) [J]. 医药导报, 2017, 36(12): 1386-1390.
- [10] 陈娥, 周灿, 廖莎, 等. 不同炮制去心法对巴戟天耐斯糖含量的影响 [J]. 湖南中医药大学学报, 2016, 36(4): 31-33.
- [11] 刘晓涵, 陈永刚, 林励, 等. 不同产地巴戟天中糖类成分 HPLC-ELSD 指纹图谱研究 [J]. 中草药, 2009, 40(10): 1641-1643.
- [12] 程学仁, 罗文汇, 孙冬梅, 等. 巴戟天药材高效液相色谱指纹图谱初步研究 [J]. 中国药业, 2010, 19(13): 8-9.
- [13] 景海漪, 史辑, 崔妮, 等. 巴戟天炮制前后寡糖类成分 HPLC-CAD 指纹图谱研究 [J]. 中草药, 2014, 45(10): 1412-1417.