

UPLC-Q-Orbitrap HRMS 法同时测定秦艽炮制前后 8 种成分

李 源¹, 高元平¹, 罗 昊¹, 李爱暖¹, 吕露阳¹, 徐 燕², 严亨秀¹, 曾 锐^{1*}

1. 西南民族大学药学院, 四川 成都 610041

2. 成都国为生物医药有限公司, 四川 成都 610041

摘要: 目的 建立一种 UPLC-Q-Orbitrap HRMS 定量分析方法, 同时测定秦艽炮制前后 8 种化学成分(龙胆苦苷、马钱苷酸、獐牙菜苦苷、獐牙菜苷、木犀草素、异牡荆素、芹菜素、山柰酚)含量的变化。方法 采用 Waters Acquity UPLC BEH C₁₈ (100 mm×2.1 mm, 1.7 μm) 色谱柱, 以甲醇-0.1%甲酸水溶液为流动相进行梯度洗脱, 体积流量 0.3 mL/min, 柱温 35 ℃。质谱采用负离子检测模式进行检测。结果 秦艽经清炒、酒炙后环烯醚萜类含量均明显升高, 且清炒后龙胆苦苷和马钱苷酸含量具有统计学差异。黄酮类在清炒和酒炙后含量变化不大。2 类成分总的含量变化为环烯醚萜类成分含量清炒>酒炙>生品; 黄酮类成分含量生品>酒炙>清炒。结论 建立的 UPLC-Q-Orbitrap HRMS 同时测定秦艽炮制前后 8 种成分的方法准确、稳定, 为进一步研究秦艽炮制前后主要成分的变化奠定了基础。

关键词: 秦艽; UPLC-Q-Orbitrap HRMS; 炮制; 龙胆苦苷; 马钱苷酸; 獐牙菜苦苷; 獐牙菜苷; 木犀草素; 异牡荆素; 芹菜素; 山柰酚

中图分类号: R286.02

文献标志码: A

文章编号: 0253-2670(2019)12-2856-06

DOI: 10.7501/j.issn.0253-2670.2019.12.017

Simultaneous determination of eight components before and after processing of *Gentiana crassicaulis* by UPLC-Q-Orbitrap HRMS

LI Yuan¹, GAO Yuan-ping¹, LUO Hao¹, LI Ai-nuan¹, LV Lu-yang¹, XU Yan², YAN Heng-xiu¹, ZENG Rui¹

1. School of Pharmacy, Southwest Minzu University, Chengdu 610041, China

2. Chengdu Guowei Biological Co., Ltd., Chengdu 610041, China

Abstract: Objective To develop and validate a ultra-high performance liquid chromatography-quadrupole/electrostatic field orbitrap high-resolution mass spectrometry (UPLC-Q-Orbitrap HRMS) method for simultaneously qualitative and quantitative determination of eight chemical components (gentiopicroside, loganic acid, swertiamarin, sweroside, luteolin, isovitexin, apigenin, and kaempferol) in raw and processed products of *Gentiana crassicaulis*. **Methods** Waters Acquity UPLC BEH C₁₈ (100 mm × 2.1 mm, 1.7 μm) column was used for gradient elution with methanol-0.1% formic acid in mobile phase. The volume flow was 0.3 mL/min and the column temperature was 35 ℃. The mass spectrometer was detected using negative ion detection mode. **Results** After frying and wine frying, the content of iridoid in *G. crassicaulis* was significantly increased. Statistically, the differences between gentiopicroside and loganic acid after frying were significant. The content of flavonoids changed little after frying and wine frying. The total content changes of the two components were as follows: the content of iridoids: frying > wine frying > raw products; flavonoids content: raw products > wine frying > frying. **Conclusion** Based on UPLC-Q-Orbitrap HRMS, the quantitative analysis method of eight components of raw and processed products of *G. crassicaulis* was established, which provided a basis for optimizing the processing technology of *G. crassicaulis* and improving the clinical curative effect of *G. crassicaulis*.

Key words: *Gentiana crassicaulis* Duthie ex Burk.; UPLC-Q-Orbitrap HRMS; processing; gentiopicroside; loganic acid; swertiamarin; sweroside; luteolin; isovitexin; apigenin; kaempferol

收稿日期: 2019-03-10

基金项目: 国家重点研发计划(2017YFC1700705); 四川省留学人员科技活动项目择优资助经费计划(2018-68); 四川省科技项目(2018JY0069); 四川省科技项目(2019YFS0174); 西南民族大学中央高校重点项目(2018NZD18); 四川省阿坝州应用技术与开发项目(YYJS2017004); 西南民族大学研究生创新型科研项目(CX2019SZ174)

作者简介: 李 源(1994—), 硕士研究生, 研究方向民族药新制剂、新剂型与新技术研究。Tel: 15184341481 E-mail: YuanLi216@126.com

***通信作者** 曾 锐, 副教授, 主要从事民族药炮制制剂研究。Tel: (028)8552209 E-mail: rzeng@swun.edu.cn

秦艽为龙胆科植物秦艽 *Gentiana macrophylla* Pall.、麻花秦艽 *G. straminea* Maxim.、粗茎秦艽 *G. crassicaulis* Duthie ex Burk. 或小秦艽 *G. dahurica* Fisch. 的干燥根, 味辛苦平^[1]。秦艽为传统中药, 也是藏药、蒙药、彝药常用品种^[2-3]。秦艽炮制最早记载于《雷公炮炙论》曰: “凡用秦, 以布拭去黄白毛, 用還元汤浸一宿至明, 出, 日干用”^[4]。秦艽的传统炮制方法主要有清炒、清蒸、水煮、酒拌、酒炙、奶蒸等, 常用的主要是清炒和酒炙^[5]。秦艽炒制增加芳香的特性, 使苦寒缓和, 易于脾胃虚弱及小儿使用。酒炙后有升提的作用, 寒性缓和, 可增强祛风、除湿、通络的药效^[6]。

然而, 秦艽炮制的现代研究还处于空白, 主要集中在清炒前后单一化学成分龙胆苦苷含量变化及炮制工艺对其影响的研究等方面, 对清炒、酒炙秦艽多成分的含量变化尚无报道^[7-9]。本研究使用高分辨液质定量分析清炒、酒炙秦艽的主要成分含量, 为研究秦艽生品与炮制品的工艺、质量和药效学研究提供科学依据。

1 仪器与材料

UPLC-Q-Orbitrap HRMS 四极杆-静电场轨道阱高分辨质谱, 美国 Thermo Fisher Scientific 公司; Ultimate 3000 超高效液相色谱系统, 美国 Dionex 公司; Acquity UPLC BEH C₁₈ 色谱柱 (100 mm×2.1 mm, 1.7 μm), 美国 Waters 公司; AX-205 十万分之一电子天平, 瑞士 Mettler 公司; ESJ200-4 型十万分之一电子天平, 沈阳龙腾电子有限公司; BT25S 型十万分之一电子天平, 北京赛多利斯科学仪器有限公司; KQ5200E 型超声波清洗器, 昆山超声仪器

有限公司; DHG-9240A 型电热恒温鼓风干燥箱, 上海一恒科学仪器有限公司。

对照品木犀草素 (批号 111520-201605) 购自中国食品药品检定研究院; 对照品芹菜素 (批号 MUST-14050505) 购自成都曼思特生物科技有限公司; 对照品异牡荆素 (批号 Y-116-160818) 购自成都瑞芬思生物科技有限公司; 对照品龙胆苦苷 (批号 110902)、马钱苷酸 (批号 121220)、獐牙菜苷 (批号 130401)、獐牙菜苦苷 (批号 130402)、山柰酚 (批号 1509929) 均购自成都普菲德生物技术有限公司; 各对照品质量分数均≥98%。美国默克公司色谱甲醇, 美国西格玛奥德里奇公司色谱纯甲酸 (均为 LC-MS 级)。提取用甲醇为分析纯, 质量分数≥99.5%, 购于成都市科龙化工试剂厂; 水为纯净水, 美国 Milli-Q SP Regent Water System 制备。

秦艽新鲜根采自云南省周边地区, 共 9 批, 除特殊说明, 均为 3 年生秦艽。通过中国医学科学院北京协和医学院药用植物研究所黄林芳教授鉴定均为粗茎秦艽 *Gentiana crassicaulis* Duthie ex Burk. 的根。样品来源见表 1。采收后的新鲜秦艽根清水净制除去表面泥沙及表面黑皮, 得到干净新鲜根, 切制, 得到秦艽厚片。60 ℃烘干备用。

2 方法与结果

2.1 秦艽炮制方法

取每批干燥秦艽饮片样品约 800 g, 每批平均炮制 3 个样品。根据《中国药典》2015 年版一部项下的秦艽炮制方法, 参照《中国药典》2015 年版四部中的 0213 炮制通则对秦艽药材进行了清炒和酒炙。其中清炒: 120 ℃炮制 30 min, 酒炙物料比 10:1.5,

表 1 样品来源

Table 1 Origins of samples

编号	采集地	采集时间	编号	炮制品来源	炮制时间	编号	炮制品来源	炮制时间
R1	丽江玉龙县鲁甸村 (1 年生)	2016-11-11	F1	由 R1 炮制	2017-03-05	W1	由 R1 炮制	2017-03-08
R2	丽江玉龙县鲁甸村	2016-11-11	F2	由 R2 炮制	2017-03-05	W2	由 R2 炮制	2017-03-08
R3	丽江玉龙县鲁甸村	2017-01-11	F3	由 R3 炮制	2017-03-05	W3	由 R3 炮制	2017-03-08
R4	迪庆藏族自治州维西县	2017-01-11	F4	由 R4 炮制	2017-03-06	W4	由 R4 炮制	2017-03-09
R5	怒江傈僳族自治州兰坪县	2017-01-11	F5	由 R5 炮制	2017-03-06	W5	由 R5 炮制	2017-03-09
R6	丽江玉龙县新主村	2017-01-11	F6	由 R6 炮制	2017-03-06	W6	由 R6 炮制	2017-03-08
R7	丽江玉龙县安乐村	2017-01-11	F7	由 R7 炮制	2017-03-07	W7	由 R7 炮制	2017-03-09
R8	迪庆藏族自治州中甸县	2017-01-11	F8	由 R8 炮制	2017-03-07	W8	由 R8 炮制	2017-03-09
R9	丽江玉龙县杵峰村	2017-01-11	F9	由 R9 炮制	2017-03-07	W9	由 R9 炮制	2017-03-09

R-生品, F-清炒, W-酒炙

R-raw products, F-frying, W-wine-frying

黄酒闷润 90 min 后 120 °C 炮制 10 min 至表面干燥微焦黄色。

2.2 色谱条件

色谱柱为 Waters Acquity UPLC BEH C₁₈ 柱 (100 mm×2.1 mm, 1.7 μm), 流动相为甲醇-0.1% 甲酸水溶液, 梯度洗脱: 0 min, 5% 甲醇; 0~2 min, 5%~12% 甲醇; 2~7 min, 12%~40% 甲醇; 7~9 min, 40%~80% 甲醇; 9~11 min, 80% 甲醇; 11~12 min, 80%~5% 甲醇; 12~15 min, 5% 甲醇; 体积流量为 0.3 mL/min; 进样量 0.1 μL; 进样室温度 10 °C; 柱温 35 °C。

2.3 质谱条件

离子源为 HESI 源, 负离子检测模式, 鞘气压力 206.84 kPa; 喷雾电压 2.00 kV; 辅助气体流量 10 mL/min; 辅助气温度 350 °C; 离子传输管温度 320 °C; 扫描模式: Full MS/dd-MS², Full MS 分辨率 70 000, dd-MS² 分辨率 17 500, 扫描范围 m/z 80~1 200。MS/MS 模式时, 碰撞能为阶梯能量: 30、40 eV。设定分析物的理论质量数范围的质量数窗口为 m/z 5, 混合对照品和样品的总离子流色谱图 (TIC) 及 8 种成分提取离子色谱见图 1。

2.4 混合对照品溶液的制备

分别精密称取龙胆苦苷、马钱苷酸和獐牙菜苦苷对照品约 18.80、8.02、1.56 mg 至 10 mL 量瓶中; 獐牙菜苦苷、木犀草素、异牡荆素、芹菜素、山柰酚对照品 2.78、1.69、1.68、1.77、19.40 mg 至 100 mL 量瓶中。加甲醇溶解成含龙胆苦苷、马钱苷酸、獐牙菜苦苷、獐牙菜苦苷、木犀草素、异牡荆素、芹菜素、山柰酚质量浓度分别为 1 880.0、802.0、156.0、27.8、16.9、16.8、17.7、19.4 μg/mL 的对照品储备液。再分别依次量取 8 种对照储备液各 1 mL 置于同一 10 mL 量瓶中, 加甲醇溶液稀释至刻度, 摇匀, 即得含龙胆苦苷、马钱苷酸、獐牙菜苦苷、獐牙菜苦苷、木犀草素、异牡荆素、芹菜素、山柰酚分别为 188、80.2、15.6、2.78、1.69、1.68、1.77、1.94 μg/mL 的混合对照品溶液。对照品储备液及混合对照品溶液均在 -4 °C 条件下储存备用。

2.5 供试品溶液的制备

取各批样品 0.3 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入甲醇 20 mL, 称质量, 超声处理 (功率 500 W, 频率 40 kHz) 30 min, 放冷, 用甲醇补足减失的质量, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 进样前用 0.22 μm 微孔滤膜滤过, 即得。

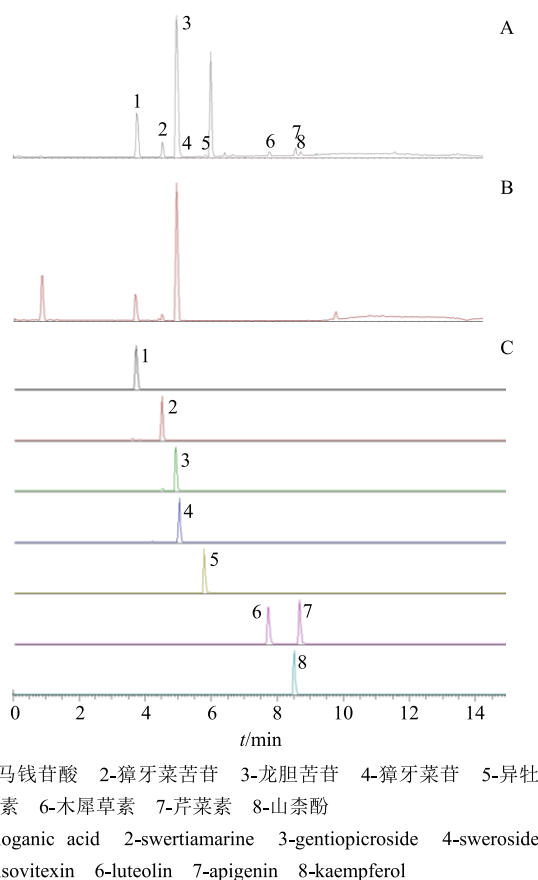


图 1 负离子模式下混合对照品 (A) 和样品 (B) 的总离子流色谱图及 8 种成分的提取离子色谱图 (C)

Fig. 1 TIC of mixed standard solution (A), sample (B), and extracted ion chromatograms of mixed standards of eight bioactive compounds (C) at negative ion mode

2.6 线性关系考察、检测限与定量限

精密量取“2.4”项下的 8 种成分混合对照品溶液, 纯甲醇连续稀释为一系列不同质量浓度的混合对照品溶液, 按“2.2”和“2.3”项色谱、质谱条件分别进样测定, 分析得到的数据使用 Xcalibur 3.0 软件定量浏览器功能处理。以对照品质量浓度为横坐标 (X), 峰面积为纵坐标 (Y) 绘制标准曲线, 得到回归方程及相关系数 (r)。以稀释后待测物响应的信噪比 (S/N) 大于 3 的计算方法测定检测限 (LOD), S/N 大于 10 的计算方法测定定量限 (LOQ) [10], 结果见表 2。结果表明 8 种成分在相应质量浓度范围内线性关系良好, $r \geq 0.999 1$ 。

2.7 精密度试验

取“2.4”项下同一混合对照品溶液, 按“2.2”和“2.3”项下色谱、质谱条件连续进样 6 次。结果显示, 马钱苷酸、獐牙菜苦苷、龙胆苦苷、獐牙菜苦苷、异牡荆素、木犀草素、芹菜素、山柰酚峰面积

表 2 8 种成分的回归方程、相关系数、线性范围、检测限、定量限

Table 2 Liner regressions, correlation coefficients, liner ranges, LODs, and LOQs of eight compounds

成分	回归方程	<i>r</i>	线性范围/(ng·mL ⁻¹)	LOD/(ng·mL ⁻¹)	LOQ/(ng·mL ⁻¹)
马钱苷酸	$Y=1.91 \times 10^7 X+5.49 \times 10^7$	0.999 1	2 506~40 100	0.055	0.183
獐牙菜苦苷	$Y=2.95 \times 10^7 X+1.45 \times 10^6$	0.999 7	975~15 600	0.131	0.437
龙胆苦苷	$Y=2.08 \times 10^7 X+3.57 \times 10^8$	0.999 1	11 750~188 000	0.093	0.311
獐牙菜苷	$Y=4.97 \times 10^7 X+2.48 \times 10^5$	0.999 2	87~1 390	0.086	0.297
异牡荆素	$Y=4.96 \times 10^4 X-1.32 \times 10^4$	0.999 4	0.95~15.16	0.192	0.641
木犀草素	$Y=9.85 \times 10^4 X-5.83 \times 10^4$	0.999 5	0.83~13.20	0.064	0.213
芹菜素	$Y=1.76 \times 10^5 X-3.64 \times 10^4$	0.999 7	0.86~13.83	0.024	0.080
山柰酚	$Y=1.33 \times 10^5 X-5.86 \times 10^4$	0.999 7	0.82~13.13	0.060	0.201

的 RSD 分别为 1.80%、2.96%、1.93%、2.30%、2.47%、2.43%、3.62%、2.07%。结果表明方法精密度高。

2.8 重复性试验

按“2.5”项下方法制备 6 份供试品溶液，分别进样测定并计算 8 种成分 RSD 值和质量分数。结果显示马钱苷酸、獐牙菜苦苷、龙胆苦苷、獐牙菜苷、异牡荆素、木犀草素、芹菜素、山柰酚 RSD 值分别为 1.34%、2.03%、1.49%、2.78%、3.31%、2.69%、2.21%、2.46%，表明该方法重复性良好，平均质量分数分别为 19 406.11、3 313.79、70 883.01、406.85、1.93、0.63、0.69、5.48 μg/g。

2.9 稳定性试验

按“2.5”项下方法制备 6 份供试品溶液，分别于 0、2、6、10、12、24 h 进样分析，测得马钱苷酸、獐牙菜苦苷、龙胆苦苷、獐牙菜苷、异牡荆素、木犀草素、芹菜素、山柰酚峰面积的 RSD 值分别为 1.64%、1.98%、2.38%、2.79%、2.68%、1.57%、2.83%、3.61%，结果表明，供试品溶液在 24 h 内稳定。

2.10 加样回收率试验

称取已测得的样品粉末约 0.15 g，共 6 份，精密称定，分别加入马钱苷酸、獐牙菜苦苷、龙胆苦苷、獐牙菜苷、异牡荆素、木犀草素、芹菜素、山柰酚对照品适量，使之加入后的各成分含量分别为样品中相应成分含量的 100%（平行 6 份），按照“2.5”项下方法制备供试品溶液，滤过后进样分析，计算各成分的回收率和 RSD 值。结果显示，马钱苷酸、獐牙菜苦苷、龙胆苦苷、獐牙菜苷、异牡荆素、木犀草素、芹菜素、山柰酚的平均回收率分别为 99.31%、98.76%、102.4%、96.58%、97.39%、98.47%、101.6%、100.5%，RSD 分别为 1.82%、1.78%、2.91%、3.31%、3.76%、2.59%、3.88%、3.72%，表明方法的准确度

良好，适合 8 个成分定量测定。

2.11 样品测定

取不同批次生品与清炒，酒炙条件下的粗茎秦艽粉末，按照“2.5”项下方法制备供试品溶液，分别在“2.2”和“2.3”项下色谱、质谱条件进样分析。UPLC-(+) MS 谱和 UPLC-(-) MS 谱见图 2。数据使用 Xcalibur 3.0 软件定量浏览器功能处理，计算 8 种成分的质量分数，结果见表 3。

2.12 统计分析

将 27 批样品中的 8 种成分的含量用 Graphpad Prism 7.0（美国 GraphPad Software）进行 *t* 检验，其结果见图 3。

从表 3 中可以看出，生品与炮制品中，龙胆苦苷和马钱苷酸含量最高，其次是獐牙菜苦苷和獐牙菜苷。黄酮类成分总含量较低。秦艽经清炒后环烯醚萜类含量均明显升高。经酒炙后环烯醚萜类含量升高但没有统计学差异，黄酮类在清炒和酒炙后其成分含量变化不大。方差分析结果显示生品组和清炒组之间环烯醚萜类成分含量具有显著差异（ $P < 0.01$ ）；而黄酮类成分含量差异不显著（ $P > 0.05$ ）。生品组和酒炙组之间环烯醚萜类和黄酮类成分含量差异均不显著（ $P > 0.05$ ）。总的来说环烯醚萜类成分含量清炒 > 酒炙 > 生品；黄酮类成分含量生品 > 酒炙 > 清炒。可以说明秦艽炮制使化学成分发生一定量的改变。

3 讨论

本研究首次采用 UPLC-Q-Orbitrap HRMS 方法定量分析不同炮制品中马钱苷酸、獐牙菜苦苷、龙胆苦苷、獐牙菜苷、异牡荆素、木犀草素、芹菜素、山柰酚 8 个成分的含量分布。炮制过程中，环烯醚萜类成分可能是经高温炒制后，有效成分易于溶出

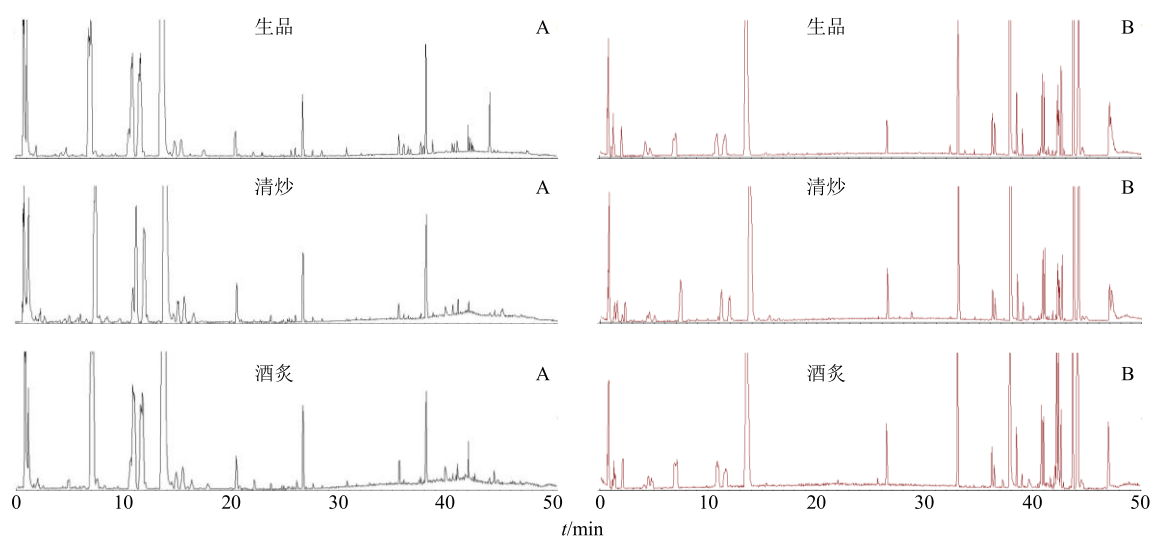


图 2 生品、清炒、酒炙秦艽 UPLC-(+) MS 谱 (A) 和 UPLC-(-) MS 谱 (B)

Fig. 2 UPLC-(+) MS spectra (A) and UPLC-(-) MS spectra (B) of raw, frying, and wine-frying *G. crassicaulis*表 3 粗茎秦艽生品与炮制品种 8 种成分的测定结果 ($n = 3$)Table 3 Content of eight compounds in raw and processed *G. crassicaulis* samples ($n = 3$)

编号	质量分数/($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)							
	马钱苷酸	獐牙菜苦苷	龙胆苦苷	獐牙菜苷	异牡荆素	木犀草素	芹菜素	山柰酚
R1	12 244.585 4	2 671.649 9	69 591.214 1	217.148 1	1.681 9	4.212 7	2.356 0	24.762 8
F1	22 809.039 7	4 918.728 4	88 543.559 4	408.976 4	4.733 6	1.256 4	2.034 6	12.830 6
W1	20 799.201 6	3 741.018 7	70 694.464 5	423.754 8	3.007 8	1.158 8	1.946 0	12.620 4
R2	20 003.157 6	3 794.505 0	68 528.715 6	257.687 3	2.603 5	0.638 7	0.846 4	12.096 2
F2	22 546.790 9	3 928.959 4	87 262.170 4	346.936 6	2.924 6	0.313 2	0.713 1	7.921 9
W2	13 548.520 5	2 543.482 0	54 029.738 6	210.264 9	3.435 9	0.884 6	1.077 5	15.830 9
R3	20 288.363 3	2 591.794 5	65 437.894 6	320.328 6	0.907 3	1.007 6	0.693 9	2.181 2
F3	27 449.678 2	4 386.579 5	90 191.085 5	648.285 5	2.317 1	0.223 3	0.610 6	3.228 2
W3	16 024.160 1	2 541.094 1	60 480.417 9	271.100 2	1.929 2	0.730 5	0.841 5	4.564 4
R4	16 710.580 9	2 815.874 6	76 090.141 0	343.043 2	0.544 6	0.943 8	0.592 4	4.131 1
F4	24 767.705 3	3 884.466 2	76 586.880 0	540.356 2	1.368 1	0.000 0	0.304 4	1.956 1
W4	17 548.135 5	3 037.655 7	63 815.716 4	394.778 0	1.278 6	0.300 4	0.511 2	2.779 4
R5	12 019.029 3	1 983.182 7	46 087.372 3	255.096 6	0.675 5	0.716 2	0.624 2	2.764 4
F5	15 447.630 4	2 688.355 2	60 827.766 9	345.413 3	1.426 6	0.346 0	0.541 7	3.235 6
W5	15 447.630 4	2 688.355 2	60 827.766 9	345.413 3	1.426 6	0.346 0	0.541 7	3.235 6
R6	14 625.452 6	2 683.503 5	65 425.698 2	194.056 1	1.189 1	0.823 1	0.619 0	6.538 8
F6	23 516.000 8	4 372.205 8	84 306.553 3	589.127 0	5.676 1	0.212 6	0.308 5	2.112 8
W6	16 754.975 4	2 939.649 6	65 647.486 0	354.499 8	3.166 6	0.277 7	0.224 8	1.381 4
R7	16 499.520 0	2 676.767 7	58 553.995 7	407.130 6	0.656 2	0.629 9	0.575 6	1.921 3
F7	25 498.761 0	4 265.715 6	83 090.916 2	667.208 3	1.207 6	0.000 0	0.258 8	2.165 8
W7	18 954.323 8	2 973.185 2	65 166.158 6	443.871 3	1.023 6	0.255 1	0.352 2	1.676 4
R8	27 654.032 5	4 274.284 0	89 360.322 3	619.432 8	0.884 5	0.212 8	0.191 2	1.708 6
F8	18 954.323 8	2 973.185 2	65 166.158 6	443.871 3	1.023 6	0.255 1	0.352 2	1.676 4
W8	20 568.474 0	3 218.170 4	70 336.090 3	378.503 4	0.711 6	0.374 0	0.257 6	1.802 4
R9	16 525.181 6	2 845.191 8	66 700.854 7	395.335 8	1.695 1	0.569 8	0.704 4	4.623 4
F9	28 578.905 9	4 963.855 2	95 326.192 5	720.944 4	2.900 9	0.000 0	0.217 7	1.666 3
W9	18 180.712 4	3 070.949 9	65 765.859 4	442.398 8	1.721 2	0.447 0	0.457 1	6.497 7

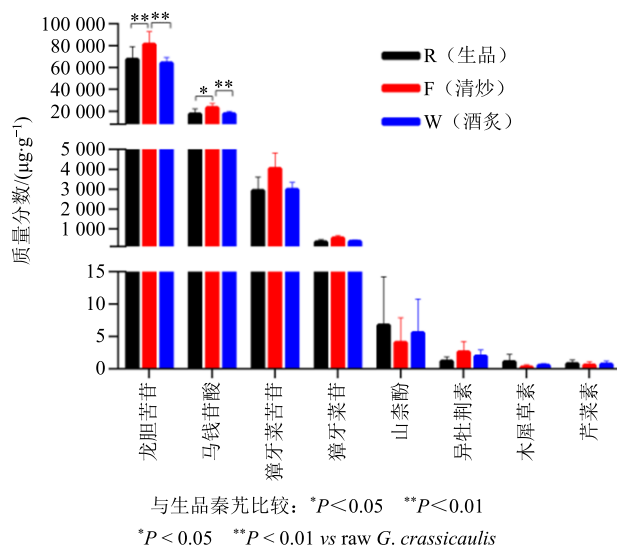


图3 8种成分含量比较

Fig. 3 Comparison of content of eight compounds

导致含量均有不同程度的增加,故炮制可增强祛风、除湿、通络的药效。而龙胆苦苷、马钱苷酸、獐牙菜苦苷、獐牙菜苷是秦艽的主要活性成分,均具有较明显的保肝及抗炎镇痛作用^[11-13],临床用于治疗风湿痹痛、黄疸、小儿疳积发热、食减瘦弱等^[14-15]。而黄酮类成分炮制后受热易氧化分解,故含量降低,其中部分黄酮类成分味苦如木犀草素^[16]。秦艽味辛苦平,清炒及酒炙可以缓和其苦性,更适用于脾胃虚弱及小儿患者。本研究发现清炒后环烯醚萜类成分含量明显升高,表明炮制后能够提高秦艽抗炎抗风湿作用,但其炮制机制和临床作用验证尚需进一步研究。

参考文献

[1] 中国药典 [S]. 一部. 2015.
[2] 起国庆. 彝族毕摩文化 [M]. 成都: 四川文艺出版社, 2007.
[3] 关祥祖. 彝族医药学 [M]. 昆明: 云南民族出版社, 1993.
[4] 雷学支. 雷公炮炙论 [M]. 上海: 上海中医学院出版

社, 1986.

[5] 马 潇, 罗宗煜, 翟进斌, 等. 秦艽本草溯源 [J]. 中医药学报, 2009, 37(5): 70-71.
[6] 张尚智, 杨 声. 秦艽炮制历史沿革研究 [J]. 中国药房, 2014, 25(43): 4119-4121.
[7] 何禄仁, 赵建邦, 马 潇, 等. HPLC 法测定秦艽炮制品中龙胆苦苷的含量 [J]. 中国药事, 2008, 22(8): 689-691.
[8] 高 娟, 王亚洲, 孙文基. 加工炮制对秦艽中龙胆苦苷的影响 [J]. 中草药, 2006, 37(9): 1357-1358.
[9] 张 霞, 陈 靖, 侯延辉, 等. 基于龙胆苦苷含量的秦艽炮制工艺研究 [J]. 时珍国医国药, 2012, 23(5): 1221-1222.
[10] 徐 燕, 李爱暖, 王 玥, 等. 基于 UPLC-ESI-HRMSⁿ 评价不同干燥方式对粗茎秦艽中环烯醚萜类及黄酮类成分的影响 [J]. 中草药, 2018, 49(4): 819-825.
[11] Lv T, Xu M, Wang D, et al. The chemical constituents from the roots of *Gentiana crassicaulis* and their inhibitory effects on inflammatory mediators NO and TNF- α [J]. *Nat Prod Biopros*, 2012, 2(5): 217-221.
[12] 毛高慧. 中药中3类环烯醚萜苷抗炎活性研究进展 [J]. 中草药, 2019, 50(1): 225-233.
[13] Zhang X, Zhan G, Jin M, et al. Botany, traditional use, phytochemistry, pharmacology, quality control, and authentication of, *Radix Gentianae Macrophyllae*-A traditional medicine: A review [J]. *Phytomedicine*, 2018, 46(4):142-163.
[14] Wang Y M, Xu M, Wang D, et al. Anti-inflammatory compounds of “Qin-Jiao”, the roots of *Gentiana dahurica* (Gentianaceae) [J]. *J Ethnopharmacol*, 2013, 147(2): 341-348.
[15] Yu F, Yu F, Li R, et al. Inhibitory effects of the *Gentiana macrophylla* (Gentianaceae) extract on rheumatoid arthritis of rats [J]. *J Ethnopharmacol*, 2004, 95(1): 77-81.
[16] Schaufelberger D, Hostettmann K. Flavonoid glycosides and a bitter principle from *Lomatogonium carinthiacum* [J]. *Phytochemistry*, 1984, 23(4): 787-789.