

补骨脂药材 UPLC 指纹图谱建立及 12 种主要成分含量测定

王娟¹, 周植星^{2#}, 杨莉³, 张玥³, 周昆^{3*}, 张军霞^{1*}

1. 河南省食品药品检验所, 河南 郑州 450000

2. 国家药品监督管理局药品审评中心, 北京 100022

3. 天津中医药大学中医药研究院, 天津 300193

摘要:目的 建立补骨脂 *Psoralea corylifolia* 药材的 UPLC 指纹图谱, 同时对其中 12 种成分进行含量测定, 为其质量控制提供参考。方法 采用 Shim-pack GIST-HP 色谱柱 (100 mm×2.1 mm, 1.9 μm); 以水和乙腈为流动相, 梯度洗脱, 建立 10 个产地 29 个批次的补骨脂药材的 UPLC 指纹图谱, 并采用中药色谱指纹图谱相似度评价软件 (2012 年版) 进行相似度评价。同时测定了补骨脂药材中 12 种成分的含量。结果 建立了补骨脂药材的 UPLC 指纹图谱, 29 批药材的相似度在 0.827~0.989, 共标定出 21 个共有峰, 并指出其中 12 个色谱峰。定量分析条件方法学考察结果良好, 29 批药材中补骨脂素、异补骨脂素、异补骨脂二氢黄酮、新补骨脂异黄酮、补骨脂甲素、欧前胡素、补骨脂宁、补骨脂定、4,5-去氢异补骨脂定、补骨脂乙素、异补骨脂色烯查耳酮、补骨脂酚的质量分数依次为 1.08~6.95、0.76~5.01、0~0.62、0.40~2.54、0.32~1.75、0~0.25、0.06~0.73、0.23~1.83、0~0.27、0.86~6.86、0.08~1.59、4.20~20.76 mg/g。结论 UPLC 指纹图谱结合多成分同时测定的方法, 操作简便, 结果准确、稳定, 可为补骨脂药材的质量评价提供参考。

关键词: 补骨脂; 补骨脂素; 异补骨脂素; 异补骨脂二氢黄酮; 新补骨脂异黄酮; 补骨脂甲素; 欧前胡素; 补骨脂宁; 补骨脂定; 4,5-去氢异补骨脂定; 补骨脂乙素; 异补骨脂色烯查耳酮; 补骨脂酚; 指纹图谱; 相似度评价

中图分类号: R286.2 文献标志码: A 文章编号: 0253-2670(2021)02-0552-06

DOI: 10.7501/j.issn.0253-2670.2021.02.029

Establishment of UHPLC fingerprint and determination of 12 main components in *Psoraleae Fructus*

WANG Juan¹, ZHOU Zhi-xing², YANG Li³, ZHANG Yue³, ZHOU Kun³, ZHANG Jun-xia¹

1. Henan Institute for Food and Drug Control, Zhengzhou 450000, China

2. Center for Drug Evaluation, National Medical Products Administration, Beijing 100022, China

3. Academy of Chinese Medicine, Tianjin University of Traditional Chinese Medicine, Tianjin 300193, China

Abstract: Objective To establish the UHPLC fingerprint and simultaneously determinate 12 components of the standard decoction of *Psoraleae Fructus*, so as to provide reference for the quality control of *Psoraleae Fructus*. **Methods** The UHPLC fingerprints of *Psoraleae Fructus* from 10 regions and 29 batches was performed on Shim-pack GIST-HP chromatographic column (100 mm × 2.1 mm, 1.9 μm) with the mobile phase consisting of acetonitrile and water. Similarity Evaluation System for Chromatographic Fingerprint of TCM (2012 edition) was used to evaluate the fingerprints. At the same time, the contents of 12 active components were determined. **Results** The UHPLC fingerprint of 29 batches of *Psoraleae Fructus* was established. The similarity was between 0.827—0.989, and 21 common peaks were marked. Twelve peaks were confirmed. The results of quantitative analysis were good. The content of psoralen, isopsoralen, bavachin, prenylaidzein, coryfolin, imperatorin, corylin, psoralidin, 4,5-dehydroisopsoralidin, corylifolinin, isobavachromene, and bakuchiol in 29 batches of samples were in the range of 1.08—6.95, 0.75—5.01, 0—0.62, 0.40—2.54, 0.32—1.75, 0—0.25, 0.06—0.73, 0.23—1.83, 0—0.27, 0.86—6.86, 0.08—1.59 and 4.20—20.76 mg/g, respectively. **Conclusion** The combination methods of UHPLC fingerprint and simultaneous determinations of multiple components are rapid,

收稿日期: 2020-08-09

基金项目: 国家自然科学基金资助项目 (81673826); 国家自然科学基金资助项目 (81703790)

作者简介: 王娟, 主管药师, 研究方向为药物质量分析与药理毒理。Tel: 18538263880 E-mail: bingshapupu@126.com

*通信作者: 周昆, 副研究员, 研究方向为中药药理毒理研究。E-mail: z.k.ken@263.com

张军霞, 主任药师, 研究方向为药物质量分析与药理毒理。Tel: 18625569182 E-mail: zjx312@163.com

#共同第一作者: 周植星, 副研究员, 研究方向为中药药理毒理审评工作。E-mail: zhousx1213@126.com

simple and reproducible, which can provide reference for the quality evaluation of *Psoraleae Fructus* and its preparation.

Key words: *Psoralea corylifolia* L.; psoralen; isopsoralen; bavachin; prenylaididzein; coryfolin; imperatorin; corylin; psoralidin; 4,5-dehydroisopsoralidin; corylifolinin; isobavachromene; bakuchiol; fingerprint; similarity evaluation

补骨脂是豆科植物补骨脂 *Psoralea corylifolia* L. 的干燥成熟果实, 有温肾助阳、纳气平喘、温脾止泻的功效, 为临床常用中药, 《中国药典》2015 年版收载含补骨脂的中成药制剂有 40 余种。中药指纹图谱技术是中药质量控制最为有效的手段。目前, 补骨脂指纹图谱的研究大多采用 HPLC 法进行, 存在图谱各峰分离度不高、相似度评价范围过于宽泛、定位不够精确等问题^[1-4], 且所标定的成分及其参照峰也仅限于补骨脂素、异补骨脂素等少数几个补骨脂药材中的常见成分。陈小川等^[5]对 14 批 5 个产地的补骨脂药材开展了超高效液相色谱 (ultra-high-performance liquid chromatography, UPLC) 指纹图谱研究, 与传统的 HPLC 技术相比, 能获得更高的分离度、灵敏度和速度, 然而其仅标定了 10 个共有峰, 且所用对照品较少, 仅对 6 个成分进行了标定。本研究通过对来自 10 个产地 29 个批次的补骨脂药材开展了 UPLC 指纹图谱研究, 并同时测定了补骨脂药材中 12 种成分的含量, 以期为有效地评价补骨脂药材的质量提供借鉴。

1 材料与仪器

1.1 仪器

LC-30AD 色谱仪系统, 包括输液泵、在线脱气机、自动进样器、PDA 检测器、柱温箱及 LabSolution 色谱工作站 (Shimadzu Corporation, Kyoto, 日本)。Mettler Toledo XS204 电子天平 (瑞士梅特勒-托利多); WK-200B 小型高速粉碎机 (青州市富尔康制药机械有限公司); SK5200Hp 超声波清洗器 (上海科导超声仪器有限公司); Milli-Q 自动纯水机 (美国 Millipore 公司); TGL-16G 台式高速离心机 (上海医用分析仪器厂); GM-0.33A 隔膜真空泵 (天津市津腾实验设备有限公司)。

1.2 材料

补骨脂药材产地、批号、生产年份见表 1。经天津药物研究院中药部侯文彬研究员鉴定为豆科植物补骨脂 *Psoralea corylifolia* L. 的干燥成熟果实。色谱级甲醇和色谱级乙腈 (Thermo-Fisher 公司), 水为超纯水 (MILLIQ 公司)。

对照品补骨脂素 (批号 19101703)、异补骨脂

表 1 补骨脂药材产地信息

Table 1 Origin information of 29 batches of *Psoraleae Fructus*

批号	名称	采收时间	产地	年限/年
S1	补骨脂	2017	安徽亳州	2.00
S2	补骨脂	2017-04-01	广西	1.67
S3	补骨脂	2017-08-15	广西	1.33
S4	补骨脂	2012	河北	7.00
S5	补骨脂	2010	河北	9.00
S6	补骨脂	2017-06-10	河北	1.50
S7	补骨脂	2013	河南	6.00
S8	补骨脂	2016-09-30	河南	2.25
S9	补骨脂	2017-02-23	河南	1.75
S10	补骨脂	2017-03-26	河南	1.67
S11	盐补骨脂	2016-09-23	河南	2.25
S12	盐补骨脂	2017-01-09	河南	2.00
S13	盐补骨脂	2017-01-09	河南	2.00
S14	补骨脂	2016	进口	3.00
S15	补骨脂	2016	进口	3.00
S16	补骨脂	2016	进口	3.00
S17	补骨脂	2015	进口	4.00
S18	补骨脂	2015	进口	4.00
S19	补骨脂	2014	进口	5.00
S20	补骨脂	2014	进口	5.00
S21	补骨脂	2013	进口	6.00
S22	补骨脂	2016-03-09	四川	2.75
S23	盐补骨脂	2016-09-02	四川	2.30
S24	补骨脂	2016-07-22	山西	2.50
S25	补骨脂	2017-06-27	新疆	1.50
S26	补骨脂	2016	云南	3.00
S27	补骨脂	2015	云南	4.00
S28	补骨脂	2017-02-13	云南	1.83
S29	补骨脂	2017-04-17	云南	1.67

素 (批号 1910704)、补骨脂酚 (批号 18041103)、补骨脂宁 (批号 18051029)、补骨脂定 (批号 16042601)、补骨脂甲素 (批号 16110701)、补骨脂乙素 (批号 16110403)、异补骨脂二氢黄酮 (批号 16081707)、新补骨脂异黄酮 (批号 16091201)、欧前胡素 (批号 O-001-161128)、4, 5-去氢异补骨脂定 (批号 170101205)、异补骨脂色烯查耳酮 (批号 16040829) 购自成都普菲德生物技术有限公司, 质量分数均大于 98%。

2 方法和结果

2.1 色谱条件

色谱柱: Shim-pack GIST-HP (100 mm×2.1 mm, 1.9 μm, 日本岛津公司); 流动相为水 (A)-乙腈 (B), 梯度洗脱: 0~1 min, 20%~24%B; 1~2 min, 24%~28%B; 2~3 min, 28%~

30%B; 3~13 min, 30%~35%B; 13~33 min, 35%~41.5%B; 33~43 min, 41.5%~50.0%B; 43~58 min, 50%~75%B; 58~60 min, 75%~12%B; 60~72 min, 12%B; 体积流量为 0.2 mL/min; 检测波长 246 nm; 柱温 40 °C; 进样量 2 μ L。

2.2 供试品溶液的制备

补骨脂药材样品粉末过 150 目筛, 称取约 25 mg, 置于 50 mL 锥形瓶中, 加入 60% 甲醇 25 mL, 超声提取 45 min, 取出放置室温, 加甲醇补足减少的质量, 摇匀, 提取液于 12 000 $\times g$ 离心 10 min, 然后过 0.45 μ m 微孔滤膜, 取续滤液于液相小瓶中, 4 °C 冰箱贮存备用。

2.3 对照品溶液的制备

精密称取补骨脂素、异补骨脂素、异补骨脂二氢黄酮、新补骨脂异黄酮、补骨脂甲素、欧前胡素、补骨脂宁、补骨脂定、4,5-去氢异补骨脂定、补骨脂乙素、异补骨脂色烯查耳酮和补骨脂酚对照品各 10 mg, 置于 10 mL 量瓶中, 加入适量甲醇, 超声溶解, 加甲醇定容, 摇匀, 离心, 取上清液, 即得质量浓度为 1.0 mg/mL 的混合对照品溶液。

2.4 指纹图谱研究

2.4.1 专属性试验 取空白溶剂和补骨脂的供试品溶液各 5 份, 按“2.1”项色谱条件, 分别进样 2 μ L, 记录色谱图。经考察, 空白溶剂对供试品溶液测试不存在干扰, 专属性良好。

2.4.2 精密度试验 取同一份补骨脂药材 (S6) 的供试品溶液, 按“2.1”项色谱条件连续进样 6 次, 记录色谱图, 进行精密度考察, 测得各峰峰面积保留时间的相对标准偏差 (relative standard deviation, RSD) 不高于 1.92%, 相对峰面积的 RSD 不高于 2.67%, 各色谱图的相似度值不低于 0.99。实验结果表明, 仪器的精密度好。

2.4.3 稳定性试验 取同一份补骨脂药材 (S6) 的供试品溶液, 按“2.1”项色谱条件, 分别在 0、4、8、12、24 h 进样分析, 记录色谱图。测得各峰峰面积相对保留时间的 RSD 值不高于 0.58%, 相对峰面积的 RSD 值不高于 1.59%, 各色谱图的相似度值不低于 0.99。结果表明, 供试品在 24 h 内测定稳定性良好。

2.4.4 重复性试验 取同一批补骨脂药材 (S6), 分别按“2.2”项下方法平行制备 6 份、供试品溶液, 按“2.1”项色谱条件, 依次进样 6 针, 记录

色谱图, 进行重复性考察, 测得各峰峰面积相对保留时间的 RSD 值不高于 0.98%, 相对峰面积的 RSD 值不高于 2.69%, 各色谱图的相似度不低于 0.99。结果表明方法的重复性好。

2.4.5 指纹图谱的建立 取 29 批补骨脂药材, 按“2.2”项下制备补骨脂药材的供试品溶液, 进样测定。分析 29 批补骨脂药材的色谱峰, 检测出稳定的共有峰 21 个, 出峰时间为 5~60 min。叠加色谱图见图 1。

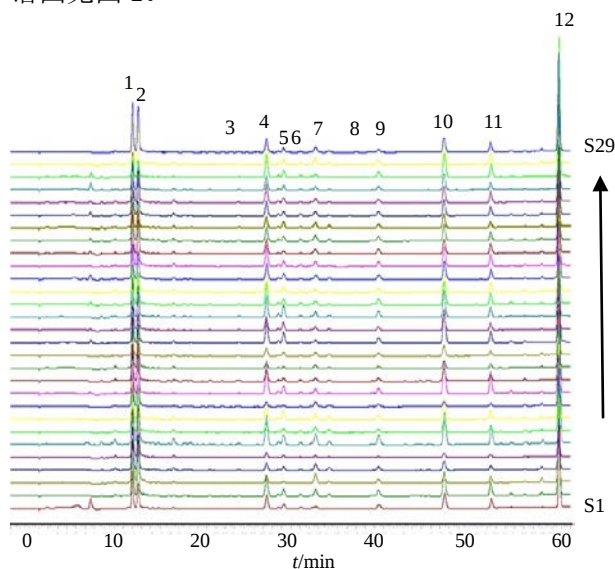


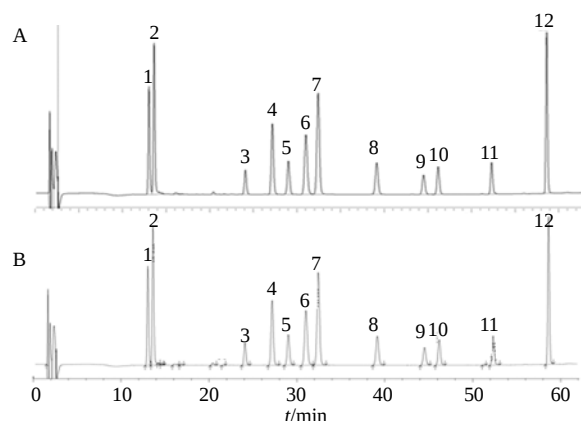
图 1 29 批补骨脂药材色谱叠加图

Fig. 1 Chromatogram overlay of 29 batches of *Psoraleae Fructus*

2.4.6 指纹图谱参照峰 所建立的指纹图谱中, 12 号峰 (后经对照品对比可知为补骨脂酚) 具有较大的峰面积、适中的保留时间及稳定的峰形, 因此选其为参照峰。在后续实验中, 均以该峰作为参照, 以计算其余峰的相对峰面积及相对保留时间。

2.4.7 共有峰归属分析 通过混合对照品保留时间比对, 对各共有峰进行归属分析。结果见图 2-A。共指认 12 个共有峰。依次为 1 号峰补骨脂素、2 号峰异补骨脂素、3 号峰异补骨脂二氢黄酮、4 号峰新补骨脂异黄酮、5 号峰补骨脂甲素、6 号峰欧前胡素、7 号峰补骨脂宁、8 号峰补骨脂定、9 号峰 4,5-去氢异补骨脂定、10 号峰补骨脂乙素、11 号峰异补骨脂色烯查耳酮、12 号峰补骨脂酚。

2.4.8 指纹图谱相似度评价 所得的色谱图导入国家药典委员会《中药色谱指纹图谱相似度评价系统 2012 版》软件, 以中位数生成补骨脂药材对照



1-补骨脂素 2-异补骨脂素 3-异补骨脂二氢黄酮 4-新补骨脂异黄酮 5-补骨脂甲素 6-欧前胡素 7-补骨脂宁 8-补骨脂定 9-4,5-去氢异补骨脂定 10-补骨脂乙素 11-异补骨脂色烯查耳酮 12-补骨脂酚。

1-psoralen 2-isopsoralen 3-bavachin 4-prenylaidzein 5-coryfolin 6-imperatorin 7-corylin 8-psoralidin 9-4, 5-dehydroisopsoralidin 10-corylifolinin 11-isobavachromene 12-bakuchiol

图 2 混合对照品 UPLC 图 (A) 和补骨脂药材 UPLC 对照指纹图谱 (B)

Fig.2 HPLC of mixed control solution (A) and UPLC reference fingerprint of *Psoraleae Fructus* (B)

指纹图谱, 结果见图 2-B, 将 S1 批次药材指纹图谱的相似度值定为 1, 计算其他 28 批次补骨脂药材指纹图谱与其相似度值在 0.745~0.991; 以中位数生成对照图谱对照, 计算 29 批次补骨脂药材指纹图谱与对照指纹图谱的相似度值在 0.827~0.989, 结果见表 2。

2.5 补骨脂药材中 12 种成分含量测定

2.5.1 色谱条件 色谱条件同“2.1”项。

2.5.2 线性关系考察 精密称取各化合物对照品, 加甲醇配制成质量浓度为 1 mg/mL 的储备液,

表 2 29 批补骨脂药材指纹图谱与对照指纹图谱相似度评价结果

Table 2 Evaluation of similarity between fingerprint for 29 batches of *Psoraleae Fructus* and its reference fingerprint

批号	相似度 (参照)	相似度 (对照)	批号	相似度 (参照)	相似度 (对照)
S1	1.000	0.973	S16	0.962	0.982
S2	0.981	0.989	S17	0.990	0.971
S3	0.745	0.827	S18	0.973	0.988
S4	0.841	0.934	S19	0.927	0.955
S5	0.788	0.863	S20	0.930	0.987
S6	0.932	0.982	S21	0.991	0.980
S7	0.966	0.987	S22	0.899	0.962
S8	0.854	0.931	S23	0.980	0.970
S9	0.844	0.906	S24	0.917	0.972
S10	0.984	0.957	S25	0.914	0.971
S11	0.980	0.988	S26	0.997	0.979
S12	0.784	0.893	S27	0.962	0.914
S13	0.986	0.981	S28	0.927	0.968
S14	0.980	0.951	S29	0.977	0.988
S15	0.941	0.988			

分别精密吸取各化合物对照品贮备液, 用甲醇稀释成 5 个不同浓度的混合对照品溶液, 含补骨脂酚质量浓度依次为 10、20、50、100、200 $\mu\text{g/mL}$, 以进样量为横坐标 (X), 峰面积为纵坐标 (Y), 绘制标准曲线, 计算回归方程, 结果见表 3 所示。

2.5.3 精密度试验 取同一份补骨脂药材 (S6) 的供试品溶液, 按“2.1”项色谱条件连续进样 6 次, 记录色谱图, 进行精密度考察, 计算得到补骨脂药材中 12 种单体成分补骨脂素、异补骨脂素、异补骨脂二氢黄酮、新补骨脂异黄酮、补骨脂甲素、欧前胡素、补骨脂宁、补骨脂定、4,5-去氢

表 3 12 种成分线性方程

Table 3 Linear equation of 12 components

化合物	回归方程	R^2	线性范围/ $(\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1})$
补骨脂素	$Y=36\ 815.8 X-5\ 805.86$	0.999 7	1~20
异补骨脂素	$Y=56\ 357.7 X-1\ 4271.8$	0.999 5	1~20
异补骨脂二氢黄酮	$Y=10\ 159.9 X-1\ 680.11$	0.999 9	1~20
新补骨脂异黄酮	$Y=36\ 742.9 X-4\ 602.78$	0.999 8	1~20
补骨脂甲素	$Y=15\ 687.9 X-2\ 142.66$	0.999 8	1~20
欧前胡素	$Y=38\ 877.3 X-6\ 527.76$	0.999 7	1~20
补骨脂宁	$Y=60\ 639.1 X-8\ 369.98$	0.999 7	1~20
补骨脂定	$Y=19\ 503.2 X-2\ 839.65$	0.999 7	1~20
4,5-去氢异补骨脂定	$Y=12\ 037.3 X-3\ 152.01$	0.999 7	1~20
补骨脂乙素	$Y=14\ 596.8 X-2\ 824.52$	0.999 7	1~20
异补骨脂色烯查耳酮	$Y=14\ 889.1 X-3\ 881.95$	0.999 7	1~20
补骨脂酚	$Y=6\ 387.15 X-6\ 654.04$	0.999 8	10~200

异补骨脂定、补骨脂乙素、异补骨脂色烯查耳酮和补骨脂酚峰面积的 RSD 分别为 0.56%、1.38%、0.69%、0.47%、1.22%、0.78%、0.95%、0.88%、2.76%、0.39%、0.96%、1.13%。

2.5.4 稳定性试验 取同一份补骨脂药材(S6)的供试品溶液,按“2.1”项色谱条件,分别在 0、4、8、12 和 24 h 进样分析,记录色谱图。计算得到补骨脂药材中 12 种单体成分补骨脂素、异补骨脂素、异补骨脂二氢黄酮、新补骨脂异黄酮、补骨脂甲素、欧前胡素、补骨脂宁、补骨脂定、4,5-去氢异补骨脂定、补骨脂乙素、异补骨脂色烯查耳酮和补骨脂酚峰面积的 RSD 分别为 1.53%、1.01%、0.98%、1.19%、0.77%、1.14%、0.68%、0.92%、1.15%、1.27%、1.99%、0.78%。

2.5.5 重复性试验 取同一批补骨脂药材(S6)供试品溶液,分别按“2.2”项下平行制备 6 份补骨脂药材的供试品溶液,按“2.1 色谱条件”,依次进样 6 针,记录色谱图,计算得到补骨脂药材中 12 种单体成分补骨脂素、异补骨脂素、异补骨脂二氢黄酮、新补骨脂异黄酮、补骨脂甲素、欧前胡素、补骨脂宁、补骨脂定、4,5-去氢异补骨脂定、补骨脂乙素、异补骨脂色烯查耳酮和补骨脂酚峰面积的 RSD 分别为 0.99%、1.68%、1.23%、0.98%、1.44%、1.54%、0.88%、0.68%、1.21%、1.37%、0.48%、1.05%。

2.5.6 加样回收率试验 取同一份补骨脂药材(S6)的供试品溶液,精密量取 6 份。分别加入 12 个对照品适量。按“2.2”项下平行制备 6 份补骨脂药材的供试品溶液,按“2.1”项色谱条件记录色谱图。计算得到补骨脂药材中 12 种成分补骨脂素、异补骨脂素、异补骨脂二氢黄酮、新补骨脂异黄酮、补骨脂甲素、欧前胡素、补骨脂宁、补骨脂定、4,5-去氢异补骨脂定、补骨脂乙素、异补骨脂色烯查耳酮和补骨脂酚的峰面积的平均加样回收率分别为 99.71%、98.53%、100.2%、100.8%、98.34%、99.19%、101.7%、99.42%、99.11%、100.7%、100.2%、99.18%,RSD 分别为 0.56%、1.38%、0.69%、0.47%、1.22%、0.78%、0.95%、0.88%、2.76%、0.39%、0.96%、1.13%。

2.5.7 不同批次样品中 12 种主要成分在补骨脂药材中的含量测定 取 29 批不同批次的补骨脂药材样品,按“2.2”项下方法制备补骨脂药材供试品溶液,并取对照品适量,制备成混合对照品溶

液。按“2.1”项下方法分别进行检测,测定 12 种成分含量。计算得 29 批补骨脂药材中 12 个单体成分所占的百分含量,结果显示,在各批次的补骨脂药材中,含量最高的 4 种成分分别为补骨脂酚、补骨脂素、异补骨脂素和补骨脂乙素,各批次中 12 种主要成分含量见表 4。

3 讨论

本实验在建立色谱方法时考察了诸多因素,如比较了甲醇-水、乙腈-水的流动相系统,结果表明在确定的波长下,乙腈-水较甲醇-水系统各峰分离度更好,基线更平稳,与文献报道一致^[6-7],故选其为流动相系统。色谱柱柱温对色谱峰的影响也不容忽视,分别考察了不同柱温对分离效果的影响。结果显示,柱温 40 ℃时,出峰较快且分离度良好。实验使用 Shim-pack GIST-HP 色谱柱,PDA 检测器,进行了全波长扫描检测,发现 246 nm 检测的谱图展示度最好,色谱成分检出最多、响应值适中,基线较为平稳,因此选 Shim-pack GIST-HP 色谱柱(100 mm×2.1 mm,1.9 μm);流动相为水(A)-乙腈(B),梯度洗脱;体积流量 0.2 mL/min;检测波长 246 nm;柱温 40 ℃为最佳色谱条件。

29 批次市售补骨脂药材的相似度评价结果显示,补骨脂药材指纹图谱与对照指纹图谱的相似度在 0.827~0.989,说明各批次的指纹图谱有一定差异。传统中医药理论认为,中药盐制入肾。补骨脂作为常用补肾助阳药物在临床使用时多用盐制,检测的批次中有 S11、S12、S13 和 S23 批次为盐制样品,HPLC 指纹图谱相似度分别为 0.988、0.893、0.981 和 0.970。从表 4 中也可以看出补骨脂炮制前后其所含化学成分的种类相差不大,并未发现明显的新成分和消失成分,与文献报道一致^[8-9]。另外在检测的批次中 S4、S5、S7 和 S21 批次保存年限为 6 年以上,其 HPLC 指纹图谱相似度分别为 0.934、0.863、0.987 和 0.980,可见这几批 5 年以上药材指纹图谱未见明显差异,值得一提的是,在这几批药材中补骨脂酚含量相比其他批次含量要低,可能跟补骨脂酚为单萜类成分,具有一定的挥发性,保存时间越长含量越低,而其他成分多为香豆素类或黄酮类,挥发性不强,所以含量未见明显差异。

综上所述,本研究采用 UPLC 法建立了补骨脂药材的指纹图谱,并测定了补骨脂药材中 12 种成分的含量。该方法简便、准确,较为全面地对补骨脂药材

表 4 29 批补骨脂药材中 12 种成分含量测定结果 (n= 3)

Table 4 Determination of 12 components in 29 batches of *Psoraleae Fructus* (n= 3)

编号	质量分数/(mg·g ⁻¹)											
	补骨脂素	异补骨脂素	异补骨脂二氢黄酮	新补骨脂异黄酮	补骨脂甲素	欧前胡素	补骨脂宁	补骨脂定	4,5-去氢异补骨脂定	补骨脂乙素	异补骨脂色烯查耳酮	补骨脂酚
S1	1.84	1.05	0.12	1.12	0.75	0.12	0.06	0.67	0.00	3.17	1.59	9.76
S2	2.91	2.20	0.12	1.61	1.04	0.14	0.06	0.95	0.13	4.78	0.11	13.23
S3	5.41	3.79	0.00	0.66	0.31	0.06	0.53	0.73	0.17	1.71	0.10	6.89
S4	2.32	1.49	0.20	0.63	0.64	0.10	0.40	0.63	0.00	1.97	0.12	4.99
S5	2.51	2.01	0.00	0.39	0.38	0.10	0.15	0.23	0.00	0.86	0.62	4.20
S6	6.95	5.01	0.62	2.36	1.75	0.25	0.73	1.83	0.27	6.65	0.18	20.76
S7	2.01	1.42	0.22	0.70	0.68	0.12	0.33	0.56	0.12	2.42	0.11	7.60
S8	2.10	1.35	0.37	1.14	1.46	0.15	0.35	0.73	0.00	4.02	0.12	7.81
S9	2.82	1.99	0.23	0.40	0.23	0.00	0.31	0.49	0.24	1.16	0.09	5.54
S10	2.45	1.56	0.28	2.54	1.35	0.21	0.09	1.02	0.13	6.71	0.09	19.52
S11	1.91	1.52	0.26	0.86	0.55	0.12	0.21	0.55	0.12	2.72	0.08	9.23
S12	2.66	1.84	0.15	0.50	0.32	0.09	0.25	0.43	0.00	1.63	0.09	6.39
S13	1.08	0.76	0.24	0.67	0.68	0.08	0.24	0.47	0.13	2.06	0.09	6.04
S14	1.93	1.19	0.42	1.89	1.78	0.15	0.07	0.95	0.13	6.86	0.10	15.75
S15	2.59	1.52	0.20	1.08	1.38	0.14	0.24	0.65	0.00	3.36	0.10	8.07
S16	2.08	1.35	0.43	1.61	2.00	0.18	0.36	1.10	0.13	5.37	0.13	10.95
S17	2.06	1.29	0.14	1.69	0.95	0.16	0.25	1.01	0.00	4.76	0.08	13.29
S18	2.48	1.68	0.37	1.18	0.81	0.14	0.08	0.64	0.12	3.27	0.08	9.27
S19	1.72	0.98	0.25	1.22	0.92	0.13	0.06	0.78	0.00	3.61	0.10	10.52
S20	3.18	2.31	0.35	1.61	0.96	0.19	0.08	0.87	0.14	4.01	0.10	11.03
S21	2.03	1.25	0.18	1.19	0.58	0.12	0.30	0.84	0.00	2.94	0.09	11.14
S22	2.61	1.65	0.23	1.12	0.73	0.14	0.36	0.81	0.00	3.33	0.10	10.31
S23	1.22	0.76	0.33	0.91	1.08	0.13	0.35	0.70	0.15	2.97	0.12	7.28
S24	2.81	1.76	0.27	1.15	0.71	0.17	0.27	0.72	0.00	3.15	0.09	11.47
S25	2.70	1.81	0.33	1.47	0.87	0.14	0.29	0.63	0.12	3.36	0.09	11.39
S26	1.78	1.23	0.20	1.13	0.75	0.13	0.21	0.67	0.00	3.34	0.08	10.35
S27	1.08	0.66	0.26	1.76	1.13	0.19	0.08	1.09	0.00	5.01	0.08	15.14
S28	2.29	1.50	0.30	1.45	0.90	0.16	0.40	0.85	0.12	3.97	0.12	12.80
S29	2.57	1.76	0.08	1.05	0.64	0.11	0.31	0.44	0.00	3.00	0.09	10.71

进行定性及定量分析, 从而对补骨脂药材及其相关制剂的质量控制提供了一定的借鉴。

利益冲突 所有作者均声明不存在利益冲突

参考文献

- [1] 张羽, 孟宪生. 补骨脂药材的 HPLC 指纹图谱研究 [J]. 中国卫生产业, 2011, 8(Z2): 14.
- [2] 张秋海, 丁家欣, 张玲, 等. 补骨脂 HPLC 指纹图谱研究 [J]. 中国中医基础医学杂志, 2005, 11(12): 923-924.
- [3] 杨荣平, 涂永勤, 寿清耀, 等. 合川补骨脂药材 HPLC 指纹图谱研究 [J]. 中药材, 2006, 29(12): 1292-1294.
- [4] 曹丽萍, 刘志承, 李曙光, 等. 复方补骨脂酊高效液相色谱指纹图谱研究 [J]. 中国药业, 2016, 25(24): 24-27.

- [5] 陈小川, 李紫薇, 唐慧娴, 等. 基于 UPLC 技术的补骨脂指纹图谱研究 [J]. 世界科学技术—中医药现代化, 2014, 16(4): 865-868.
- [6] 赵陆华, 黄朝瑜, 屠颖, 等. HPLC 法同时测定补骨脂药材中 6 种成分的含量 [J]. 中国天然药物, 2005, 3(4): 242-244.
- [7] 谭鹏, 许莉, 牛明, 等. 一测多评法同时测定补骨脂中 16 种化学成分的含量 [J]. 中草药, 2019, 50(16): 3937-3946.
- [8] 郑楠, 郭晏华, 刘刘, 等. 补骨脂不同炮制品的指纹图谱研究 [J]. 辽宁中医杂志, 2015, 42(4): 823-825.
- [9] 颜翠萍, 吴育, 翁泽斌, 等. 盐制对补骨脂中主要化学成分的影响 [J]. 中成药, 2013, 35(11): 2470-2474.

[责任编辑 时圣明]