

引用:蔡小兵,江斌,谭沛.UPLC特征图谱结合黄酮类活性成分含量测定的沙棘配方颗粒质量研究[J].中医药导报,2025,31(1):61-66.



UPLC特征图谱结合黄酮类活性成分含量测定的沙棘配方颗粒质量研究^{*}

蔡小兵^{1,2,3},江斌^{1,2,3},谭沛^{1,2,3}

(1.华润三九现代中药制药有限公司,广东 惠州 516000;

2.中药配方颗粒安徽省重点实验室,安徽 淮北 235000;

3.华润三九医药股份有限公司,广东 深圳 518000)

[摘要] 目的:建立沙棘配方颗粒质量评价方法,整体评价不同产地沙棘配方颗粒产品质量的均一性及差异化。方法:采用UPLC法,色谱柱为Shim-pack GIST C₁₈-AQ HP(150.0 mm×2.1 mm, 1.9 μm),流动相为乙腈(A)-0.05%磷酸水溶液(B),梯度洗脱,流速为0.3 mL/min,检测波长为260 nm,柱温为30 ℃,对不同产地沙棘配方颗粒进行相似度评价、聚类分析(CA)、主成分分析(PCA)及正交偏最小二乘判别分析(OPLS-DA),并采用相同UPLC色谱系统及方法同时测定多种黄酮类成分含量,对18批沙棘配方颗粒进行质量分析和评价。结果:沙棘配方颗粒特征图谱确定12个共有峰且全部指认,分别为峰1(5-羟基糠醛)、峰2(原儿茶酸)、峰3(槲皮素-3-O-槐二糖-7-O-鼠李糖苷)、峰4(异鼠李素-3-O-槐二糖-7-O-鼠李糖苷)、峰5(异鼠李素-3-O-葡萄糖-7-O-鼠李糖苷)、峰6(芦丁)、峰7(异槲皮苷)、峰8(水仙苷)、峰9(异鼠李素-3-O-葡萄糖苷)、峰10(田基黄苷)、峰11(槲皮素)、峰12(异鼠李素)。18批沙棘配方颗粒特征图谱与对照图谱相似度均大于0.90,聚类分析将全部样品分为2类,两个主成分的累积方差贡献率为92.433%,并筛选出3个影响质量的差异性成分;芦丁、异槲皮苷、水仙苷、田基黄苷、槲皮素、异鼠李素在各自质量浓度范围内线性关系良好;仪器精密度、方法重复性、溶液稳定性试验RSD值均<3%。结论:不同产地沙棘样品存在一定的质量差异。本研究建立的特征图谱及黄酮类指标成分含量测定方法可客观、全面、准确地对沙棘配方颗粒进行质量评价。

[关键词] 沙棘配方颗粒;UPLC法;聚类分析;质量研究

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1672-951X(2025)01-0061-06

DOI:10.13862/j.cn43-1446/r.2025.01.011

Study on the Quality of Seabuckthorn Formula Granules by UPLC Specific Chromatogram Combined with Flavonoid Content Determination

CAI Xiaobing^{1,2,3}, JIANG Bin^{1,2,3}, TAN Pei^{1,2,3}

(1.China Resources Sanjiu Modern Traditional Chinese Medicine Pharmaceutical Co., LTD., Huizhou Guangdong 516000, China; 2.Formulation Granules, Huabei Anhui 235000, China; 3.China Resources Sanjiu Pharmaceutical Co., LTD., Shenzhen Guangdong 518000, China)

[Abstract] Objective: To establish a quality evaluation method for seabuckthorn formula granules, and to evaluate the uniformity and differentiation of seabuckthorn formula granules from different producing areas. Methods: UPLC chromatography was performed on Shim-pack GISTC₁₈-AQ HP (150.0 mm×2.1 mm, 1.9 μm) column with mobile phase consisting of acetonitrile (A) -0.05% phosphoric acid aqueous solution (B) with gradient elution at the flow rate of 0.3 mL/min. The detection wavelength was 260 nm and column temperature was 30 ℃. The similarity evaluation, cluster analysis (CA), principal component analysis (PCA) and orthogonal partial least squares discriminant analysis (OPLS-DA) were carried out for seabuckthorn formula granules from different origin. The same UPLC chromatography system and method were used to determine the content of multiple flavonoids, and the quality of 18 batches of seabuckthorn formula granules was analyzed and evaluated. Results: A total of 12 common peaks were identified and all of them were identified by the characteristic map

*基金项目:深圳市科技计划项目(JSGG20191129093418578)

通信作者:江斌,男,主任工程师,研究方向为中药饮片及中药配方颗粒质量标准研究

of seabuckthorn formula granules. They were peak 1 (5-hydroxyfurfural), peak 2 (protocatechuic acid), peak 3 (quercetin 3-O-sophorobiose-7-O-rhamnoside), peak 4 (isorhamnose-3-O-glucose-7-O-rhamnoside), peak 5 (isorhamnose-3-O-glucose-7-O-rhamnoside), peak 6 (rutin), peak 7 (isoquercetin), peak 8 (narcissoside), peak 9 (isorhamnein-3-O-glucoside), peak 10 (chrysanthin), peak 11 (quercetin) and peak 12 (isorhamnetin). The similarity between the characteristic maps of 18 batches of seabuckthorn formula granules and the control maps was greater than 0.90. All samples were divided into two categories by cluster analysis. The cumulative variance contribution rate of the two principal components was 92.433%, and three different components affecting the quality were screened out. The linear relationship of rutin, isoquercetin, narcissoside, chrysanthin, quercetin and isorhamnetin showed good linear relationships within the concentration range. *RSD* of instrument precision, method repeatability and solution stability tests were all lower than 3%. Conclusion: There are certain quality differences in seabuckthorn samples from different producing areas. The specific chromatogram and the method of flavonoid index component content determination established in this study can objectively, comprehensively and accurately evaluate the quality of seabuckthorn formula granules.

[Keywords] seabuckthorn formula granule; UPLC chromatography; cluster analysis; quality study

沙棘系蒙古族、藏族习用药材^[1],为葫芦科植物沙棘的干燥果实,成熟或冻硬时采收。沙棘可清肺止咳,助消化,多用于治疗心血管疾病^[2]。沙棘广泛分布于我国新疆、内蒙古、陕西、青海等地,产量占世界沙棘产量99%以上^[3]。沙棘在保护水土、改善生态环境等方面起着重要作用^[4]。

沙棘是一种药食同源的植物^[5-6],所含成分较丰富,主要包括黄酮类、多酚类、有机酸类、维生素、糖及微量元素^[7-11]。其主要活性成分为黄酮类成分^[8]。蒙药名著《蒙药正典》和藏药古籍《晶珠本草》中均记载了沙棘有清肺止咳、增强体阳、利心脏血脉、活血化瘀、助消化等功效^[1,12]。现代药理研究表明,沙棘在护肝、降血糖、抗氧化、免疫调节等方面有较好的药理活性^[7,13-14]。此外,在食品、保健品领域沙棘果也应用广泛,如制成沙棘糕、果汁、果酱、果肉油及一些相关保健品等^[15]。因此,沙棘在食品保健及治疗多种疾病等方面均有较好的研究价值和应用前景。

沙棘配方颗粒是由沙棘饮片经水提、分离、浓缩、干燥、制粒而成,也可称为免煎中药饮片。其质量监管已纳入中药饮片管理范畴。目前,有关沙棘配方颗粒质量评价相关研究较少,故本研究建立能同时反映沙棘配方颗粒中多类活性成分信息的UPLC特征图谱,通过对不同产地样品进行特征图谱相似度评价及化学模式识别研究,并同时测定其中多个黄酮类成分的含量,旨在为沙棘配方颗粒整体质量控制和评价提供参考。

1 材 料

1.1 主要仪器 ACQUITY Arc型超高效液相色谱仪(美国Waters公司);ME36S型电子天平(梅特勒公司);UC-4000型超声波清洗器(深圳市朗杰超声电器有限公司)。

1.2 试剂与药物 5-羟甲基糠醛(批号:111626-202316,纯度:98.4%,编号:DZ1)、原儿茶酸(批号:110809-202207,纯度:97.5%,编号:DZ2)、槲皮素-3-O-槐二糖-7-O-鼠李糖苷(批号:AY001245-202305,纯度:95.0%,编号:DZ3)均购自佛山奥羽生物科技有限公司;异鼠李素-3-O-槐二糖-7-O-鼠李糖苷(佛山奥羽生物科技有限公司,批号:AY145872-202305,纯度:98.0%,编号:DZ4);异鼠李素-3-O-葡萄糖-7-O-鼠李糖苷(成都普思生物科技有限公司,批号:PU0198-005MG,纯

度:98.0%,编号:DZ5);芦丁(批号:100080-202012,纯度:91.6%,编号:DZ6)、异槲皮苷(批号:111809-202205,纯度:96.3%,编号:DZ7)、水仙苷(批号:111997-202302,纯度:93.1%,编号:DZ8)、异鼠李素-3-O-葡萄糖苷对照品(批号:000441-202202,纯度:98.6%,编号:DZ9)均购自江西佰草源生物科技有限公司;田基黄苷对照品(佛山奥羽生物科技有限公司,批号:AY124570-202305,纯度:98.1%,编号:DZ10);槲皮素酸对照品(批号:100081-201610,纯度:99.1%,编号:DZ11)、异鼠李素对照品(批号:110860-202012,纯度:99.1%,编号:DZ12)均购自中国食品药品检定研究院;沙棘对照药材(中国食品药品检定研究院,批号:121519-201302,编号:DZ13);DZ1、DZ2、DZ6、DZ7、DZ8、DZ11、DZ12、DZ13标准品均购自中国食品药品检定研究院;甲醇(德国默克公司)为色谱纯;水为超纯水。

1.3 样品信息 沙棘样品信息见表1。

表1 18批沙棘样品信息

饮片批号	产地	配方颗粒编号
2211001Y	新疆阿勒泰市	P1(华润三九医药股份有限公司)
2211002Y	新疆阿勒泰市	P2(华润三九医药股份有限公司)
2211003Y	青海省西宁市大通县	P3(华润三九医药股份有限公司)
2211004Y	青海省西宁市大通县	P4(华润三九医药股份有限公司)
2211005Y	陕西省榆林市靖边县	P5(华润三九医药股份有限公司)
2211006Y	陕西省榆林市靖边县	P6(华润三九医药股份有限公司)
2211007Y	新疆阿勒泰市	P7(华润三九医药股份有限公司)
2211008Y	新疆阿勒泰市	P8(华润三九医药股份有限公司)
2211009Y	青海省西宁市大通县	P9(华润三九医药股份有限公司)
2211010Y	陕西省榆林市靖边县	P10(华润三九医药股份有限公司)
2211011Y	陕西省榆林市靖边县	P11(华润三九医药股份有限公司)
2211012Y	陕西省榆林市靖边县	P12(华润三九医药股份有限公司)
2211013Y	山西省吕梁市岚县	P13(华润三九医药股份有限公司)
2211014Y	山西省吕梁市岚县	P14(华润三九医药股份有限公司)
2211015Y	内蒙古赤峰市敖汉旗	P15(华润三九医药股份有限公司)
2211016Y	内蒙古赤峰市敖汉旗	P16(华润三九医药股份有限公司)
2211017Y	新疆阿勒泰市	P17(华润三九医药股份有限公司)
2211018Y	新疆阿勒泰市	P18(华润三九医药股份有限公司)

2 方法与结果

2.1 色谱条件 Shim-pack GIST C₁₈-AQ HP (2.1 mm×150.0 mm, 1.9 μm)色谱柱,流动相为乙腈(A)-0.05%磷酸水溶液(B),梯度洗脱[0~5 min, V(A):V(B)为5%:95%, 5~12 min, V(A):V(B)为5%:95%→15%:85%, 12~25 min, V(A):V(B)为15%:85%→18%:82%, 25~45 min, V(A):V(B)为18%:82%→45%:55%, 45~50 min, V(A):V(B)为45%:55%];检测波长为260 nm;进样量为2 μL;柱温为30 ℃,流速为0.3 mL/min。

2.2 对照品溶液的制备 分别精密称取DZ2、DZ6、DZ7、DZ8、DZ10、DZ11、DZ12等编号对照品适量,加50%乙醇制成每1 mL含40 μg相应成分的混合溶液,滤过,作为对照品溶液。

2.3 供试品溶液的制备 取沙棘配方颗粒研细,精密称定约0.8 g,置具塞锥形瓶中,提取溶剂为50%乙醇,精密加入20 mL,称量,超声处理(功率250 W,频率40 kHz)30 min,冷却后再次称量,用提取溶剂补足损失的质量,摇匀,过滤,即得。

2.4 特征图谱研究

2.4.1 精密度试验 取样品P1按“2.3”项下方法制备1份供试品溶液,按“2.1”项下色谱条件重复进样6次,结果同一供试品各特征峰相对保留时间RSD值均≤0.77%,相对峰面积RSD值

均≤1.1%,说明仪器精密度良好。

2.4.2 重复性试验 取样品P1按“2.3”项下方法制备6份供试品溶液,按“2.1”项下色谱条件分别进样,结果平行6个样品各特征的相对保留时间RSD值均≤0.82%,相对峰面积RSD值均≤2.3%,说明方法的重复性良好。

2.4.3 稳定性试验 取样品P1按“2.3”项下方法制备1份供试品溶液,按“2.1”项下色谱条件,分别于0、4、8、16、24 h进样测定,结果各时间点各特征峰的相对保留时间RSD值均≤0.89%,相对峰面积RSD值均≤2.13%,说明供试品溶液在24 h内较稳定。

2.4.4 特征图谱的构建及相似度评价 6个产地18批沙棘配方颗粒特征图谱色谱图、沙棘对照药材色谱图见图1~3。将数据导入“中药色谱特征图谱相似度评价系统”,计算不同产地沙棘配方颗粒特征图谱相似度,多批沙棘配方颗粒样品(编号:P1~P18)相似度为0.949~0.989,18批样品相似度均>0.90,表明不同产地沙棘配方颗粒化学成分较为相似,产地因素对沙棘化学成分有一定影响。特征图谱共有12个共有特征峰,2号峰原儿茶酸响应最大,出峰时间适中,分离度良好,故将其设为参照峰(S)。计算各特征峰与S峰的相对保留时间和相对峰面积。(见表2~3)

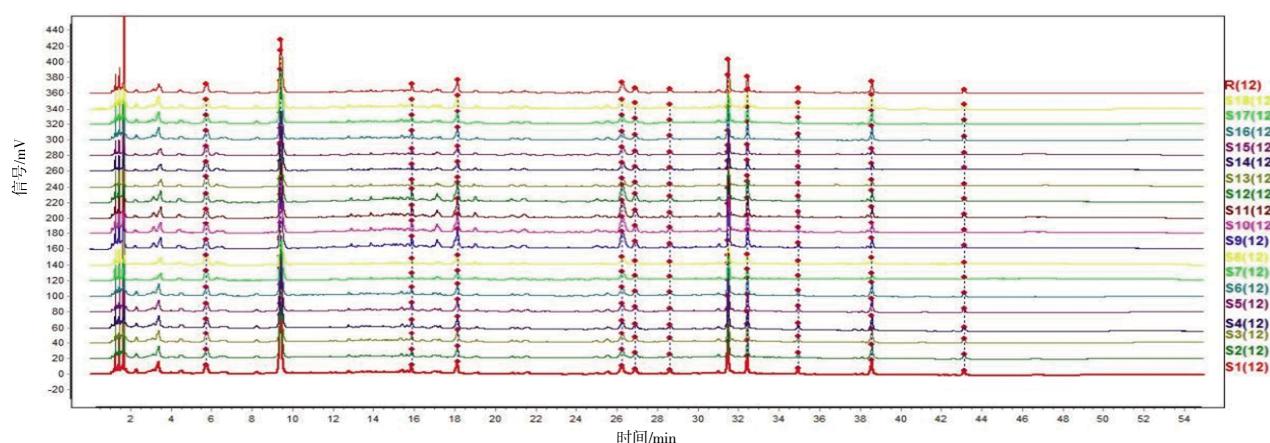
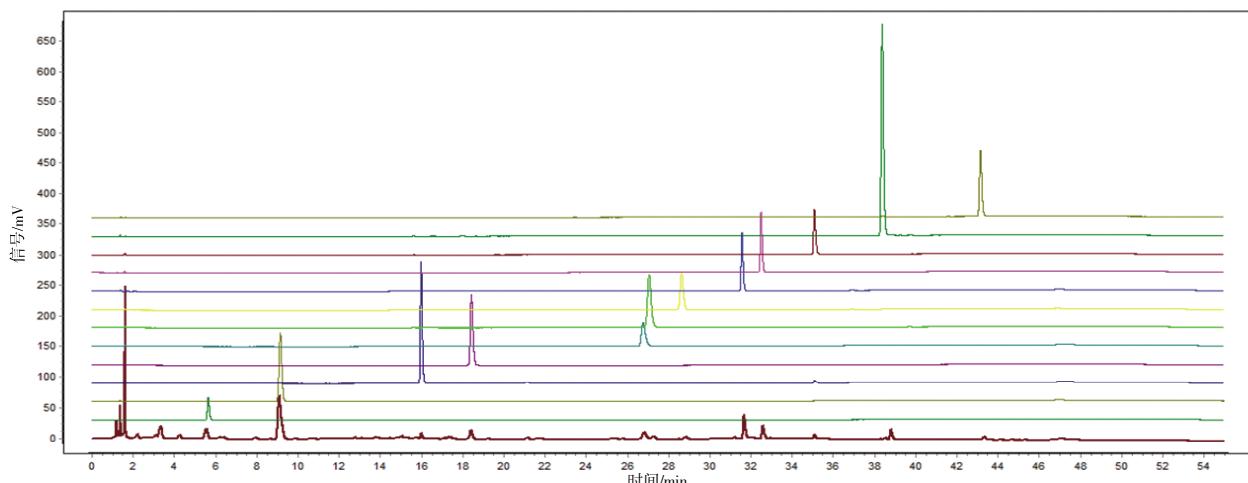


图1 18批沙棘配方颗粒特征图谱共有模式



注:S1:沙棘配方颗粒色图谱;S2:DZ1;S3:DZ2;S4:DZ3;S5:DZ4;S6:DZ5;S7:DZ6;S8:DZ7;S9:DZ8;S10:DZ9;S11:DZ10;S12:DZ11;S13:DZ12。

图2 沙棘配方颗粒和对照品定位色谱图

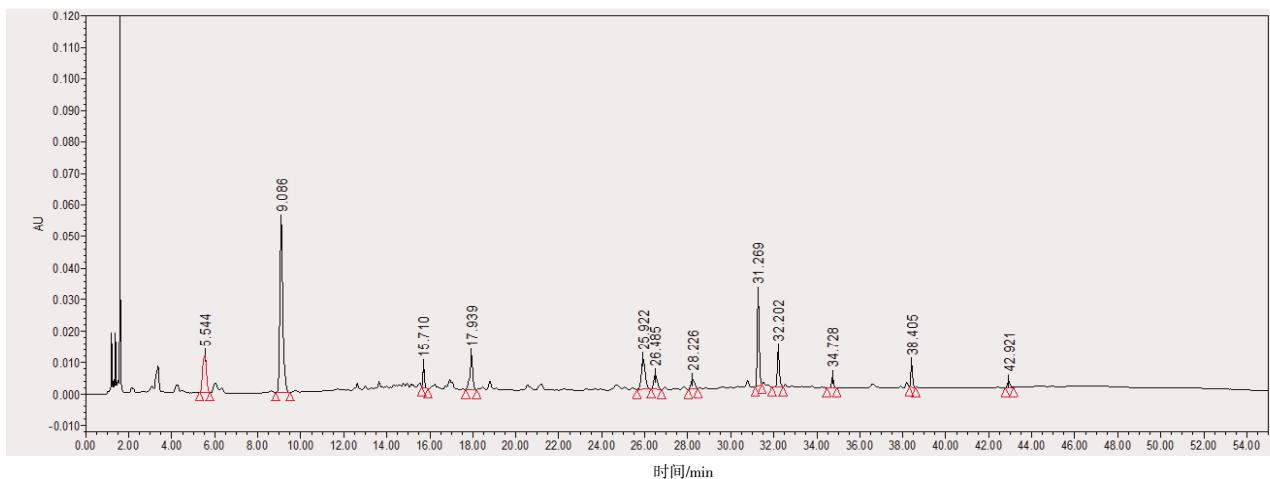


图3 沙棘对照药材色谱图

表2 不同产地沙棘配方颗粒特征图谱相似度结果

编号	相似度	编号	相似度
R	1.000	P10	0.978
P1	0.967	P11	0.970
P2	0.989	P12	0.957
P3	0.972	P13	0.949
P4	0.954	P14	0.979
P5	0.963	P15	0.968
P6	0.983	P16	0.985
P7	0.984	P17	0.978
P8	0.975	P18	0.973
P9	0.954		

表4 多批次沙棘样品特征峰相对峰面积

样品	峰1	峰2(S)	峰3	峰4	峰5	峰6	峰7	峰8	峰9	峰10	峰11	峰12
P1	0.265	1	0.066	0.181	0.222	0.096	0.067	0.345	0.151	0.039	0.079	0.031
P2	0.268	1	0.066	0.183	0.222	0.096	0.068	0.345	0.151	0.040	0.080	0.031
P3	0.080	1	0.076	0.206	0.252	0.110	0.078	0.392	0.173	0.046	0.091	0.033
P4	0.081	1	0.076	0.208	0.252	0.110	0.078	0.392	0.172	0.048	0.091	0.034
P5	0.392	1	0.077	0.220	0.271	0.107	0.074	0.416	0.177	0.043	0.087	0.033
P6	0.393	1	0.077	0.220	0.271	0.107	0.074	0.416	0.177	0.043	0.087	0.032
P7	0.200	1	0.099	0.343	0.429	0.142	0.097	0.514	0.219	0.055	0.107	0.040
P8	0.200	1	0.099	0.342	0.430	0.142	0.097	0.514	0.219	0.056	0.107	0.041
P9	0.179	1	0.101	0.321	0.400	0.151	0.102	0.532	0.229	0.057	0.107	0.044
P10	0.179	1	0.101	0.322	0.401	0.151	0.103	0.533	0.231	0.057	0.107	0.044
P11	0.045	1	0.094	0.250	0.295	0.126	0.087	0.457	0.192	0.055	0.103	0.040
P12	0.045	1	0.094	0.251	0.295	0.126	0.087	0.457	0.192	0.055	0.103	0.040
P13	0.016	1	0.063	0.161	0.195	0.069	0.047	0.214	0.114	0.034	0.065	0.051
P14	0.016	1	0.063	0.161	0.194	0.069	0.047	0.214	0.114	0.034	0.065	0.053
P15	0.024	1	0.048	0.125	0.176	0.062	0.047	0.232	0.107	0.025	0.047	0.049
P16	0.023	1	0.048	0.125	0.176	0.062	0.047	0.232	0.107	0.025	0.047	0.046
P17	0.278	1	0.064	0.179	0.222	0.087	0.066	0.339	0.147	0.040	0.077	0.030
P18	0.086	1	0.074	0.204	0.252	0.102	0.076	0.388	0.168	0.045	0.089	0.033

样品	峰1	峰2(S)	峰3	峰4	峰5	峰6	峰7	峰8	峰9	峰10	峰11	峰12
P1	0.61	1	1.73	1.97	2.85	2.91	3.11	3.44	3.54	3.82	4.23	4.72
P2	0.61	1	1.73	1.98	2.86	2.92	3.11	3.45	3.55	3.83	4.24	4.74
P3	0.61	1	1.73	1.98	2.86	2.92	3.11	3.45	3.55	3.83	4.24	4.73
P4	0.61	1	1.73	1.98	2.86	2.92	3.11	3.45	3.56	3.83	4.24	4.74
P5	0.61	1	1.74	1.98	2.86	2.92	3.12	3.45	3.56	3.84	4.24	4.74
P6	0.61	1	1.74	1.98	2.86	2.92	3.12	3.46	3.56	3.84	4.25	4.75
P7	0.61	1	1.74	1.98	2.86	2.92	3.12	3.46	3.56	3.84	4.24	4.74
P8	0.61	1	1.74	1.98	2.86	2.92	3.12	3.46	3.56	3.84	4.25	4.75
P9	0.61	1	1.74	1.98	2.86	2.92	3.12	3.46	3.56	3.84	4.24	4.74
P10	0.61	1	1.74	1.98	2.86	2.93	3.12	3.46	3.56	3.84	4.25	4.75
P11	0.61	1	1.74	1.98	2.86	2.93	3.12	3.46	3.56	3.84	4.25	4.75
P12	0.61	1	1.74	1.98	2.86	2.92	3.12	3.46	3.56	3.84	4.25	4.75
P13	0.61	1	1.74	1.99	2.87	2.93	3.13	3.47	3.58	3.86	4.27	4.77
P14	0.61	1	1.74	1.98	2.86	2.93	3.12	3.46	3.57	3.85	4.26	4.76
P15	0.61	1	1.74	1.99	2.87	2.93	3.12	3.47	3.57	3.85	4.26	4.76
P16	0.61	1	1.74	1.98	2.87	2.93	3.12	3.46	3.57	3.85	4.25	4.76
P17	0.61	1	1.75	2.00	2.89	2.94	3.14	3.48	3.58	3.86	4.28	4.77
P18	0.61	1	1.75	2.00	2.88	2.94	3.13	3.48	3.58	3.86	4.27	4.77

2.4.5 聚类分析 对18批沙棘配方颗粒进行聚类分析,当欧氏距离为10时聚为3类,P13、P14聚为一类,P15、P16聚为一类,其余批次聚为一类。当欧氏距离为5时聚为5类,P1、P2、P3、P4、P17、P18聚为一类,说明该批次沙棘质量较为接近。P5、P6聚为一类,P7、P8、P9、P10、P11、P12聚为一类,P15、P16聚为一类,P13、P14聚为一类。说明5个产地不同批次沙棘的成分有一定的差异。(见图4)

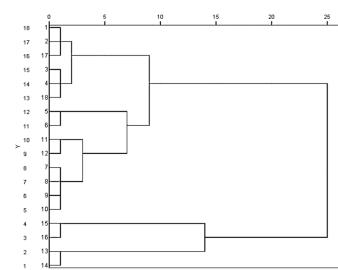


图4 沙棘配方颗粒特征图谱共有峰聚类分析图

2.4.6 主成分分析 将12个特征峰峰面积导入SPSS 22.0软件,对不同产地样品进行主成分分析,主成分1、2的特征值均>1,累积方差贡献率为92.433%。(见表5)计算各样品中2个主成分得分F1、F2,并计算综合得分F($F=0.79118F_1+0.13315F_2$),公式中系数分别为前2个主成分的方差贡献率。(见表6、图5)

表5 沙棘主成分特征值及方差贡献率

主成分	特征值	方差贡献率/%	累积方差贡献率/%
1	9.494	79.118	79.118
2	1.598	13.315	92.433
3	0.616	5.132	97.565
4	0.180	1.499	99.064
5	0.101	0.839	99.903
6	0.008	0.067	99.970
7	0.002	0.014	99.985
8	0.001	0.009	99.994
9	0.001	0.004	99.998
10	0.000	0.001	100.000
11	1.584E-05	0.000	100.000
12	7.232E-06	6.027E-05	100.000

表6 沙棘主成分得分及综合得分

编号	F1	F2	F	编号	F1	F2	F
P1	-1.410 68	-0.350 09	-1.162 72	P10	1.046 57	-0.694 49	0.735 55
P2	-1.396 13	-0.355 74	-1.151 96	P11	0.609 15	0.062 69	0.490 29
P3	-1.146 24	0.063 46	-0.898 43	P12	0.638 05	0.060 73	0.512 90
P4	-1.120 92	0.073 46	-0.877 07	P13	1.041 31	1.876 06	1.073 66
P5	0.695 67	-1.395 13	0.364 64	P14	1.056 53	1.944 30	1.094 79
P6	0.705 39	-1.405 87	0.370 90	P15	-0.358 69	1.332 57	-0.106 36
P7	0.724 78	-0.723 20	0.477 14	P16	-0.370 60	1.254 92	-0.126 12
P8	0.718 61	-0.716 79	0.473 11	P17	-1.351 54	-0.396 21	-1.122 07
P9	1.031 10	-0.693 18	0.723 49	P18	-1.112 35	0.062 50	-0.871 75

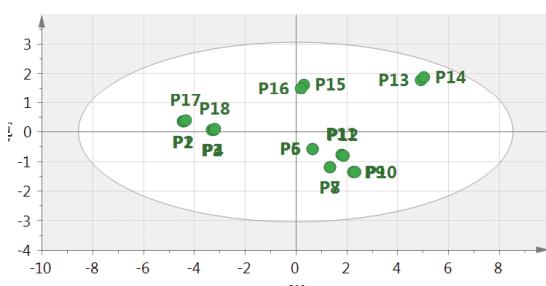


图5 沙棘配方颗粒UPLC特征图谱主成分得分图

2.4.7 正交偏最小二乘判别分析(OPLS-DA) 采用SIMCA 13.0软件,以18批沙棘配方颗粒共有峰峰面积为变量进行OPLS-DA分析,结果见图6~7。模型参数表明所建模型的解释能力和预测能力均较好,18个样品可分成5类。以VIP值>1为提取标准,筛选得到峰2(原儿茶酸)、峰8(水仙苷)、峰4(异鼠李素-3-O-槐二糖-7-O-鼠李糖苷)是影响分类的主要标志性成分。该模型能有效地分析18批沙棘配方颗粒的特征图谱信息。

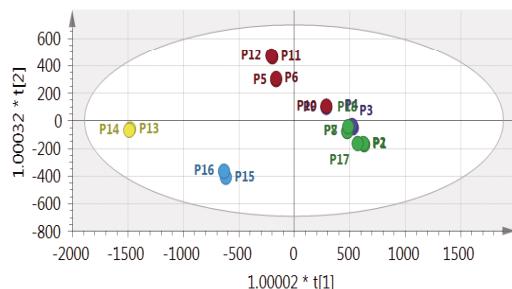


图6 沙棘配方颗粒UPLC特征图谱OPLS-DA得分图

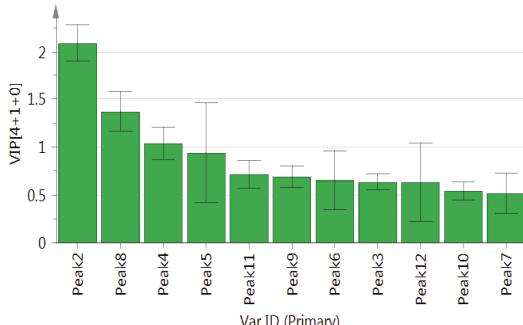


图7 沙棘配方颗粒UPLC特征图谱VIP值

2.5 含量测定结果

2.5.1 含量测定方法学验证 根据“2.1”项下色谱条件建立沙棘中芦丁、异槲皮苷、水仙苷、田基黄苷、槲皮素、异鼠李素的含量测定方法。结果表明指标均符合2020年版《中华人民共和国药典》指导原则要求规定。(见表7)

表7 沙棘配方颗粒含量测定方法学验证结果

成分	回归方程	r	线性范围/(μ g/mL)	加样回收率%	RSD/%		
					精密度	重复性	稳定性
芦丁	$y=1148.6x+1395.9$	0.9999	0.658~32.845	98.5	0.98	1.10	1.11
异槲皮苷	$y=9622.3x+1230.8$	0.9995	0.705~35.218	99.7	0.54	0.92	0.92
水仙苷	$y=298.1x+8787.1$	0.9999	5.654~280.124	98.7	0.78	0.87	0.74
田基黄苷	$y=1045.3x+1844.7$	0.9996	3.687~184.257	99.2	0.75	0.98	1.56
槲皮素	$y=1196.0x+1941.4$	0.9999	0.656~32.868	97.5	0.85	1.04	1.25
异鼠李素	$y=1573.6x-159.27$	0.9996	2.084~104.547	98.7	0.89	1.01	0.84

2.5.2 多批次沙棘黄酮类成分的含量 不同产地沙棘中芦丁的含量范围为0.042%~0.078%,异槲皮苷的含量范围为0.037%~0.072%,水仙苷的含量范围为0.22%~0.47%,田基黄苷的含量范围为0.21%~0.47%,槲皮素的含量范围为0.028%~0.085%,异鼠李素的含量范围为0.12%~0.40%(见表8)。OPLS-DA筛选出水仙苷是影响分类的主要标志性成分之一。陕西榆林产地多批次沙棘配方颗粒水仙苷含量范围为0.44%~0.47%,整体较高,说明该产地沙棘质量较好。新疆阿勒泰产地的沙棘配方颗粒水仙苷含量多低于0.35%,整体偏低,说明该产地的沙棘质量较偏低。水仙苷含量测定结果表明,不同产地含量高低分布与沙棘配方颗粒UPLC特征图谱OPLS-DA得分图基本一致,且与聚类分析的结果有一定的关联。而不同批次同一产地沙棘中多种黄酮类成分的含量也有一定差异,可能与产地环境、采收时间、采收方式、加工方式等因素有关。

表 8 沙棘配方颗粒中芦丁、异槲皮苷、水仙苷、田基黄苷、槲皮素、异鼠李素含量测定结果

编号	芦丁/%	异槲皮苷/%	水仙苷/%	田基黄苷/%	槲皮素/%	异鼠李素/%
P1	0.056	0.044	0.35	0.23	0.041	0.13
P2	0.052	0.048	0.34	0.24	0.046	0.14
P3	0.061	0.051	0.37	0.29	0.049	0.25
P4	0.062	0.052	0.36	0.31	0.052	0.15
P5	0.072	0.059	0.45	0.34	0.067	0.16
P6	0.071	0.061	0.45	0.35	0.070	0.13
P7	0.073	0.063	0.44	0.35	0.068	0.11
P8	0.074	0.062	0.43	0.36	0.067	0.23
P9	0.078	0.071	0.46	0.39	0.072	0.36
P10	0.077	0.072	0.47	0.40	0.071	0.17
P11	0.072	0.064	0.44	0.42	0.074	0.18
P12	0.071	0.065	0.45	0.41	0.075	0.22
P13	0.075	0.071	0.41	0.46	0.085	0.40
P14	0.076	0.070	0.42	0.47	0.081	0.16
P15	0.068	0.061	0.39	0.32	0.039	0.12
P16	0.067	0.062	0.38	0.31	0.038	0.16
P17	0.042	0.037	0.22	0.21	0.028	0.16
P18	0.046	0.042	0.35	0.25	0.034	0.19

3 讨 论

中药配方颗粒为对中药汤剂剂型改造的适应性产品之一,是传统中药饮片具有创新性的应用形式^[16]。目前相关沙棘配方颗粒特征图谱文献研究较少,主要是对沙棘黄酮类活性成分及化学成分的研究。本研究经优化确定色谱条件、色谱柱、检测波长、提取溶剂等,建立了沙棘配方颗粒特征图谱及含量测定色谱方法。本试验确定了沙棘配方颗粒12个特征共有峰,包含酚类、黄酮类等多种成分且全部指认。定量检测方法仪器精密度、方法重复性、溶液稳定性、线性关系、加样回收率等指标均符合指导原则要求^[17]。该沙棘配方颗粒质量评价系统简易、稳定、全面。

为进一步分析不同产地沙棘配方颗粒的质量,本研究通过聚类分析对特征图谱数据进行分析。结果表明产品批次间质量稳定性较好,不同产地沙棘配方颗粒存在一定的质量差异。主成分分析(PCA)得出两个主成分的累积方差贡献率为92.433%。OPLS-DA将18批样品分为5类,与5个不同产地收集的样品相符合。本研究基于VIP值进一步筛选出大于1的差异性成分3个。多批次含量结果表明,陕西榆林市沙棘样品整体含量较高,新疆阿勒泰产地的沙棘样品整体含量偏低,客观反映了产地质量优劣情况。这也与聚类分析及OPLS-DA结果基本一致。

综上所述,本研究从黄酮类活性成分出发,建立专属性的含量测定及特征图谱相结合的检测方法,综合评价了不同产地沙棘配方颗粒的质量差异,并结合相似度评价及化学模式识别研究相关分析,综合客观评价了其质量。不同产地沙棘样品存在一定的质量差异。本研究建立的特征图谱及黄酮

类指标成分含量测定方法可客观、全面、准确地对沙棘配方颗粒进行质量评价,从而为整体控制沙棘配方颗粒的质量提供依据。

参 考 文 献

- [1] 周浩楠,胡娜,董琦,等.沙棘化学成分及药理作用的研究进展[J].华西药学杂志,2020,35(2):211-217.
- [2] 国家药典委员会.中华人民共和国药典:三部[S].北京:中国医药科技出版社,2020:19.
- [3] 刘峰,马久太,王浩仁,等.一测多评法测定沙棘鲜果中槲皮素、山柰素和异鼠李素含量[J].中国药业,2017,26(13):24-27.
- [4] 吕兆林,袁玮琼,张柏林,等.沙棘果实中主要活性成分质量分布[J].北京林业大学学报,2021,43(1):144-152.
- [5] 李治芳,温奎申,赵建军,等.不同干燥方法对沙棘提取物中活性成分含量的影响[J].安徽农业科学,2020,48(4):175-177,186.
- [6] 李娜,胡月月,葛亮.不同产地沙棘中总黄酮、总多酚含量测定及其抗氧化活性研究[J].化学与生物工程,2021,38(8):64-68.
- [7] 孙琛,冯野,谢培,等.沙棘果渣总黄酮的降血脂及降血糖作用[J].世界中医药,2018,13(1):142-145.
- [8] 张东,邬国栋.沙棘黄酮的化学成分及药理作用研究进展[J].中国药房,2019,30(9):1292-1296.
- [9] 尼亚孜·乌吉艾合买提,刘续元,阿卜来海提·阿卜杜瓦伊提,等.沙棘不同部位化学成分和药理作用研究概况[J].中国民族民间医药,2020,29(12):72-76.
- [10] 冉贝贝,李卫东.沙棘果与沙棘叶化学成分及其差异的研究进展[J].中国中药杂志,2019,44(9):1767-1773.
- [11] 樊旭,周鸿立.沙棘黄酮含量的测定方法及其化学成分的研究进展[J].北方园艺,2018(6):144-148.
- [12] 吴斯琴毕力格,包勒朝鲁,那生桑.沙棘药理作用研究进展[J].中国药业,2015,24(1):95-96.
- [13] 李小洁,赵保路,侯京武,等.沙棘总黄酮对活性氧自由基的清除作用[J].中国药理学通报,1990,6(2):97-101.
- [14] 赵二劳,张海容,盖青青,等.沙棘黄酮的测定及其抗氧化作用[J].化学研究与应用,2003,15(2):284-285,256.
- [15] 李晓花.沙棘有效成分动态变化研究[D].长春:吉林农业大学,2003.
- [16] 路露,施钧瀚,侯富国,等.中药配方颗粒:历史、现状及“后试点时代”的发展展望[J].中国中药杂志,2022,47(8):2008-2014.
- [17] 郭东晓,于姗姗,郭衍珩,等.中药配方颗粒标准制定技术问题和对策分析[J].中国实验方剂学杂志,2022,28(17):188-194.

(收稿日期:2024-04-15 编辑:蒋凯彪)