

中图分类号: R917; R284.1 文献标志码: A 文章编号: 1006-4931(2023)16-0084-06
doi:10.3969/j.issn.1006-4931.2023.16.020



某市 29 批市售党参药材饮片高效液相色谱指纹图谱建立 及化学计量学研究*

刘亮亮, 孙红, 武林芝, 安琪[△]

(山西卫生健康职业学院药学院, 山西 晋中 030619)

摘要:目的 为市售党参药材饮片质量评价方法的建立提供参考。方法 选取太原市市售 29 批党参药材饮片(来自 11 个厂家)作为样品,采用高效液相色谱(HPLC)法建立其 HPLC 指纹图谱,色谱柱为 Waters XSelect[®] HSS T3 柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm),流动相为 0.5% 磷酸水溶液-乙腈(梯度洗脱),流速为 1.0 mL/min,检测波长为 220 nm,柱温为 35 ℃,进样量为 10 μL。使用中药色谱指纹图谱相似度评价系统(2012 版)进行相似度评价,并进行聚类分析和主成分分析。结果 29 批样品的 HPLC 指纹图谱中共确定 18 个共有峰,并指出其中 3 个共有峰,分别为党参苷 I 峰(7 号峰)、党参炔苷宁峰(10 号峰)和党参炔苷峰(11 号峰);29 批样品中有 28 批相似度大于 0.85,可聚为 3 类(分类距离为 5);特征值排名前 5 成分的累积方差贡献率 > 80%,为样品主成分;载荷图显示,1-4、9-11、5-8、12、13-14、15-16、17-18 峰分别对主成分 1,2,3,4,5 的贡献较大;综合得分介于 -90.17~80.15 分。结论 太原市市售不同厂家的 29 批党参药材饮片质量差异较大。HPLC 指纹图谱可较全面地表征党参药材饮片的化学质量特征,结合化学计量学方法,可为其质量评价提供参考。

关键词: 党参药材饮片; 高效液相色谱法; 指纹图谱; 聚类分析; 主成分分析; 质量评价

Establishment of HPLC Fingerprint and Chemometrics Study of 29 Batches of Commercial Codonopsis Radix Decoction Pieces in a City

LIU Liangliang, SUN Hong, WU Linzhi, AN Qi

(School of Pharmacy, Shanxi Health Vocational College, Jinzhong, Shanxi, China 030619)

Abstract: Objective To provide a reference for the establishment of a quality evaluation method of commercial Codonopsis Radix Decoction Pieces. **Methods** A total of 29 batches of commercial Codonopsis Radix Decoction Pieces from 11 manufacturers in Taiyuan were selected as samples, and high-performance liquid chromatography (HPLC) method was used to establish the HPLC fingerprint. The chromatographic column was Waters XSelect[®] HSS T3 column (250 mm × 4.6 mm, 5 μm), the mobile phase was 0.5% phosphoric acid aqueous solution-acetonitrile (gradient elution), the flow rate was 1.0 mL/min, the detection wavelength was 220 nm, the column temperature was 35 ℃, and the injection volume was 10 μL. The Similarity Evaluation System for Chromatographic Fingerprint of Traditional Chinese Medicine (Version 2012) was used for similarity evaluation, the cluster analysis and principal component analysis (PCA) were performed. **Results** A total of 18 common peaks were marked in the HPLC fingerprint of 29 batches of samples, and three common peaks were identified, including tangshenoside I peak (peak 7),

* 基金项目: 山西省重点研发计划项目[201903D321213]; 山西省基础研究项目[202103021223396, 202203021212384]; 山西省卫生健康委员会科研项目[2019095]; 山西省卫生健康委员会重点实验室项目[2020SYS18]。

第一作者: 刘亮亮, 男, 硕士, 讲师, 研究方向为药物分析, (电子信箱)liuliangliang9@163.com。

[△]通信作者: 安琪, 女, 硕士, 实验师, 研究方向为药物分析, (电子信箱)wisdom0026@aliyun.com。

- [11] 秦钰波. D 相乳化法制备纳米乳液的影响因素及乳化机理研究[D]. 上海: 上海应用技术大学, 2020.
- [12] 刘丽仙, 岳娟, 蒋丽刚, 等. 新型乳化技术在化妆品中的应用[J]. 日用化学品科学, 2017, 40(7): 40-43.
- [13] 王素珍, 李荣荣, 岳雪, 等. 不同溶出介质中辛伐他汀的平衡溶解度和表观油水分配系数测定[J]. 中国药业, 2016, 25(12): 35-38.
- [14] 贾学娇. 辛伐他汀壳聚糖纳米粒片制备工艺的研究[D]. 长春: 长春中医药大学, 2019.
- [15] 王晓雯, 丁大中, 梁成章. 超高效液相色谱法同时测定布洛芬片片中布洛芬和盐酸伪麻黄碱含量[J]. 中国药业, 2022, 31(16): 80-82.
- [16] 喻吉, 林彩, 孙红武, 等. 复方氯霉素乳膏的处方筛选及质量标准研究[J]. 中国药业, 2018, 27(18): 1-4.
- [17] 郑金琪, 郑国钢, 李会林, 等. 梯度洗脱 HPLC 测定辛伐他汀片的含量和有关物质[J]. 中国药理学杂志, 2010, 45(9): 702-705.
- [18] 郑金琪, 俞雄杰, 郑国钢, 等. HPLC 法测定辛伐他汀滴丸的含量和有关物质[J]. 中国药品标准, 2012, 13(6): 418-422.
- [19] 全俊太, 韩继勇, 胡琰. 辛伐他汀胶囊的制备及质量标准研究[J]. 西北药学杂志, 2008, 23(4): 203-205.

(收稿日期: 2023-01-06; 修回日期: 2023-05-25)

lobetyolinin peak (peak 10) and lobetyolin peak (peak 11). The similarity of HPLC fingerprint of 28 batches of samples was greater than 0.85, and 29 batches of samples could be clustered into three groups (with a classification distance of 5). The top five components with a high eigenvalue had a cumulative variance contribution rate greater than 80%, which were the principal components of the samples. The loading plot showed that the peaks 1-4, 9-11 (principal component 1), peaks 5-8, 12 (principal component 2), peaks 1, 13-14 (principal component 3), peaks 15-16 (principal component 4) and peaks 17-18 (principal component 5) contributed significantly to different principal components respectively. The comprehensive score of the principal components of 29 batches of samples was in the range of -90.17 to 80.15 points. **Conclusion** The quality of 29 batches of commercial *Codonopsis Radix* Decoction Pieces from different manufacturers in Taiyuan varies greatly. The HPLC fingerprint can comprehensively reveal the chemical quality characteristics of *Codonopsis Radix* Decoction Pieces, which can provide a reference for the quality evaluation of this medicinal herb combined with chemometrics analysis.

Key words: *Codonopsis Radix* Decoction Pieces; HPLC; fingerprint; cluster analysis; principal component analysis; quality evaluation

党参始载于《本草从新》，为桔梗科植物党参 *Codonopsis pilosula* (Franch.) Nannf.、素花党参 *Codonopsis pilosula* Nannf. var. *modesta* (Nannf.) L. T. Shen 或川党参 *Codonopsis tangshen* Oliv. 的干燥根^[1]，其性平、味甘，归脾、肺经，有健脾益肺、养血生津功效^[2-3]。现代药理学研究表明，党参具有调节血糖、增强机体免疫力和抗胃溃疡等多种作用^[4-7]。2019年，党参被列入药食同源物质试点名单^[8]，党参药材饮片需求量也大幅增加，同时对其质量规范性提出了更高要求。目前，党参药材饮片等级划分标准不统一，导致市售产品质量参差不齐。2020年版《中国药典(一部)》对其的规定仅有鉴别、检查和浸出物等项^[1]，质量控制的研究多以测定其中某个或几个成分的含量为主^[9-10]，高效液相色谱(HPLC)指纹图谱质量评价也主要是针对某一特定地区药材，如岭南特色饮片熟党参及其生品的研究^[11]。有研究采用指纹图谱结合化学计量学实现了对党参药材及其炮制品的全面综合评价^[12-13]，但缺乏对市售党参药材饮片质量的研究。中药指纹图谱为现代质量控制模式，能整体表征中药质量^[14-16]。中药化学模式识别解决了中药质量多维信息的综合分析问题，能更全面地体现中药的内在品质^[17-19]。鉴于此，本研究中采用HPLC指纹图谱结合化学计量学方法(含聚类分析和主成分分析)对太原市市售不同厂家29批党参药材饮片质量进行了综合评价，现报道如下。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

1260型高效液相色谱仪(美国Agilent公司); 1000Y型药材粉碎机(永康市铂欧五金制品有限公司); LK/CSJ-30型超声波清洗机(成都老肯医疗科技股份有限公司); XPE105型电子天平、XSE204型电子天平(瑞士Mettler Toledo公司,精度分别为0.01 mg和0.1 mg); Fresco 21型高速冷冻离心机(美国Thermo Fisher Scientific公司)。

1.2 试剂

党参炔苷对照品(天津诺尔医药技术有限公司,批

号1506567,含量99.21%);党参苷I对照品、党参炔苷宁对照品(成都克洛玛生物科技有限公司,批号分别为CHB180123, CHB200721, 含量 $\geq 98\%$);甲醇、乙腈、磷酸均为色谱纯,水为娃哈哈纯净水。太原市市售党参药材饮片29批(来源信息见表1,除S5, S19, S21样品产地为山西省外,其余样品产地均为甘肃省),经山西卫生健康职业学院杨翠玲副教授鉴定为桔梗科植物党参 *Codonopsis pilosula* 的干燥根。

2 方法与结果

2.1 指纹图谱的建立与相似度评价

2.1.1 色谱条件

色谱柱: Waters XSelect® HSS T3柱(250 mm $\times$ 4.6 mm, 5 μ m); 流动相: 0.5%磷酸水溶液(A)-乙腈(B), 梯度洗脱(0~20 min时5%B $\rightarrow$ 10%B, 20~70 min时10%B $\rightarrow$ 30%B, 70~100 min时30%B $\rightarrow$ 60%B, 100~115 min时60%B $\rightarrow$ 85%B, 115~120 min时85%B $\rightarrow$ 95%B); 流速: 1.0 mL/min; 检测波长: 220 nm; 柱温: 35 $^{\circ}$ C; 进样量: 10 μ L。

2.1.2 溶液制备

混合对照品溶液: 分别取党参苷I对照品8.77 mg, 党参炔苷宁对照品8.43 mg, 党参炔苷对照品9.45 mg, 精密称定, 置5 mL容量瓶中, 分别加适量甲醇溶解并定容, 摇匀, 制成质量浓度分别为1.75, 1.69, 1.89 mg/mL的单一对照品贮备液; 各精密量取适量, 用50%甲醇稀释, 配制成质量浓度分别为100.0, 200.0, 400.0 μ g/mL的混合对照品溶液。

供试品溶液: 将样品粉碎, 过3号筛, 取粉末2 g, 精密称定, 平行2份, 置150 mL具塞锥形瓶中, 加入90%甲醇30 mL, 称定质量, 超声(功率250 W、频率50 kHz, 下同)提取30 min, 取出, 室温冷却, 再次称定质量, 用90%甲醇补足减失的质量, 摇匀, 取1.5 mL, 置2 mL离心管中离心10 min, 取上清液, 经0.45 μ m微孔滤膜滤过, 即得。

2.1.3 方法学考察

精密度试验: 取供试品溶液适量, 按2.1.1项下色

表1 太原市市售29批党参药材饮片样品信息

Tab.1 Information of 29 batches of commercial Codonopsis
Radix Decoction Pieces in Taiyuan

编号	批号	来源	生产厂家
S1	21041501	力东大药房长风店	甘肃九州天润中药产业有限公司
S2	21041601	万民药店紫台店	安国市远光药业有限公司
S3	21041602	同仁堂和信店	安徽盛海堂中药饮片有限公司
S4	21041603	保和堂	山西元和堂中药有限公司
S5	21041604	一心堂长风店	安徽盛海堂中药饮片有限公司
S6	21041605	长城药店山大一院店	康美药业股份有限公司
S7	21041606	香雪大药房	安国市远光药业有限公司
S8	21041701	国大药房紫台店	安国市广济堂药业有限责任公司
S9	21041702	荣华大药房玛城路店	河北一达药业有限公司
S10	21041703	敬仁堂大药房腾龙苑店	安国市聚药堂药业有限公司
S11	21041704	荣华大药房学府街店	河北一达药业有限公司
S12	21041801	泽源堂万民药房	安国市远光药业有限公司
S13	21041802	万民药房针灸医院店	安国市远光药业有限公司
S14	21041803	仁和大药房西太堡店	河北汉草堂药业有限公司
S15	21042501	国大药房腾龙苑店	安国市广济堂药业有限责任公司
S16	21042502	九久万民药房	安国市远光药业有限公司
S17	21042503	亮清国君药房	亳州市中药饮片厂
S18	21090401	万民药店太原平阳西一巷店	河北安国市远光药业有限公司
S19	21090402	一心堂平阳路东二巷店	安徽盛海堂中药饮片有限公司
S20	21090403	国大药房青年路店	安国市远光药业有限公司
S21	21090404	一心堂山大西门店	安徽盛海堂中药饮片有限公司
S22	21090405	荣华大药房平阳西一巷店	河北一达药业有限公司
S23	21090406	康和万民药房	安国市远光药业有限公司
S24	21090407	百姓药房平阳路店	安国圣山药业有限公司
S25	21090408	荣华大药房长风店	河北一达药业有限公司
S26	21090409	国大药房大医院店	安国市广济堂药业有限责任公司
S27	21090410	福康万民药房	安国市远光药业有限公司
S28	21090411	安康万民药房	安国市远光药业有限公司
S29	21090412	万民药店太原平阳店	安国市远光药业有限公司

谱条件连续进样测定6次,以党参炔苷峰为参照峰,记录峰面积和保留时间。结果各成分色谱峰的相对保留时间和相对峰面积的 RSD 均小于3.0%($n=6$),表明方法精密度良好。

稳定性试验:取供试品溶液适量,于室温下放置0,2,4,8,12,24 h时按2.1.1项下色谱条件进样测定,以党参炔苷峰为参照峰,记录峰面积和保留时间。结果各成分色谱峰相对峰面积和相对保留时间的 RSD 均小于3.0%($n=6$),表明供试品溶液在室温下放置24 h内基本稳定。

重复性试验:取样品粉末2 g,精密称定,按2.1.2项下方法制备供试品溶液,平行6份,按2.1.1项下色谱条件进样测定,以党参炔苷峰为参照峰,记录峰面积和保留时间。结果各成分色谱峰相对峰面积和相对保留时间的 RSD 均小于3.0%($n=6$),表明方法重复性良好。

2.1.4 指纹图谱建立

取29批样品粉末,按2.1.2项下方法制备供试品溶液,再按2.1.1项下色谱条件进样测定,记录色谱图;将色谱图数据导入中药色谱指纹图谱相似度评价系统(2012版),以编号S1样品的色谱图为参照图谱,时间窗宽度设为0.1 min,采用多点校正自动匹配,采用中位数法生成对照图谱(R),建立党参药材饮片HPLC指纹图谱的共有模式。29批样品的叠加指纹图谱及对照指纹图谱分别见图1和图2。共标定18个共有峰,比对后指出其中3个,分别为党参苷I峰(7号峰)、党参炔苷宁峰(10号峰)和党参炔苷峰(11号峰)。党参炔苷为党参中主要药效成分,且峰面积较大、保留时间适中,故作为参照峰(s),将参照峰的保留时间和峰面积记为1,得各批样品色谱峰相对保留时间的 RSD 为0.1%~0.8%,相对峰面积的 RSD 为19.0%~90.3%,表明不同批次样品化学成分含量差异较大。

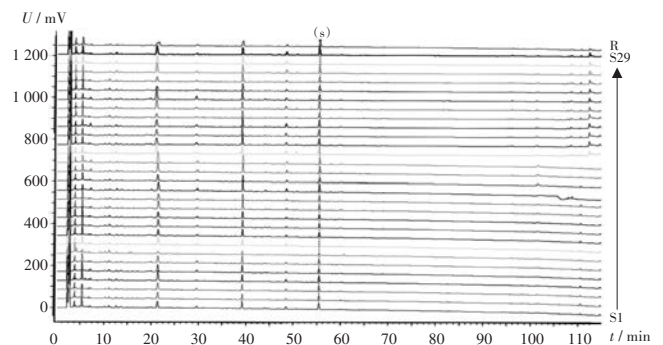
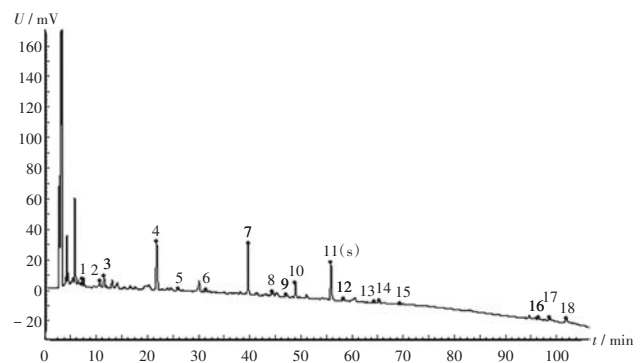


图1 29批党参药材饮片高效液相色谱叠加指纹图谱

Fig.1 HPLC superimposed fingerprint of 29 batches of Codonopsis
Radix Decoction Pieces



7. 党参苷 I 10. 党参炔苷宁 11. 党参炔苷
图2 党参药材饮片高效液相色谱对照指纹图谱

7. Tangshenoside I 10. Lobetyolinin 11. Lobetyolin

Fig.2 HPLC reference fingerprint of Codonopsis Radix
Decoction Pieces

2.1.5 相似度评价

采用中药色谱指纹图谱相似度评价系统(2012版)评价29批样品的相似度,结果见表2。28批样品(S7除外)与对照指纹图谱相似度为0.853~0.974,表明太原市市售党参药材饮片一致性较好。由图1可见,28批样品

化学成分基本一致,仅含量有差异,其中4号峰(未鉴定出)和7,10,11号峰为含量较高的主要色谱峰。S7样品中这4个成分的含量明显低于其他样品,是导致相似度较低的主要原因。

表2 29批党参药材饮片相似度评价结果

Tab. 2 Results of similarity evaluation of 29 batches of Codonopsis Radix Decoction Pieces

编号	相似度	编号	相似度	编号	相似度
S1	0.955	S11	0.935	S21	0.935
S2	0.890	S12	0.951	S22	0.853
S3	0.974	S13	0.937	S23	0.942
S4	0.950	S14	0.965	S24	0.922
S5	0.950	S15	0.938	S25	0.870
S6	0.941	S16	0.964	S26	0.894
S7	0.773	S17	0.936	S27	0.944
S8	0.940	S18	0.935	S28	0.934
S9	0.941	S19	0.936	S29	0.936
S10	0.864	S20	0.933		

2.2 化学计量学分析

2.2.1 聚类分析

以18个共有峰的峰面积为变量,导入SPSS 20.0统计学软件,选择平方欧式距离测度进行聚类分析,聚类方法采用组间连接,聚类结果见图3。当分类距离为5时,29批样品可聚为3类,其中S4,S14,S16-S21,S23-S24,S27-S29聚为一类,S1-S3,S5-S6,S8-S13,S15,S22,S25-S26聚为一类,S7单独聚为一类。产地相同、厂家一致且相似度接近的样品被聚为一类,如来自河北一达药业有限公司的样品S9,S11,S22,S25,安国市广济堂药业有限公司的样品S8,S15,S26被聚为一类,从而可较好地地区分质量存在差异的样品。

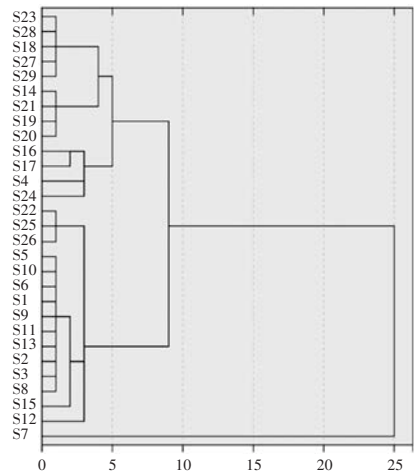


图3 29批党参药材饮片聚类分析树状图

Fig. 3 Dendrogram of cluster analysis of 29 batches of Codonopsis Radix Decoction Pieces

2.2.2 主成分分析

采用SPSS 20.0统计学软件对29批样品的18个共有峰峰面积进行主成分分析,特征值与方差贡献率结果见表3,成分特征值碎石图见图4。以提取特征值大于1为原则,可得到5个主成分因子,其累计方差贡献率达84.175%(>80%),故可将样品的18个成分简化为5个主成分进行分析。

表3 样品共有峰峰面积主成分分析结果

Tab. 3 Results of PCA of common peak area of samples

序号	特征值	方差贡献率(%)	累积方差贡献率(%)	序号	特征值	方差贡献率(%)	累积方差贡献率(%)
1	6.453	35.849	35.849	10	0.262	1.457	97.144
2	3.561	19.785	55.634	11	0.181	1.003	98.147
3	2.035	11.307	66.941	12	0.111	0.619	98.766
4	1.685	9.364	76.305	13	0.061	0.337	99.103
5	1.417	7.870	84.175	14	0.051	0.283	99.386
6	0.759	4.217	88.392	15	0.045	0.247	99.633
7	0.518	2.879	91.271	16	0.035	0.196	99.829
8	0.451	2.505	93.776	17	0.020	0.110	99.941
9	0.344	1.911	95.687	18	0.011	0.059	100.000

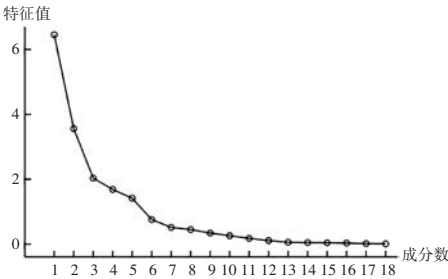


图4 成分特征值碎石图

Fig. 4 Scree plot of component eigenvalue

为使上述提取的主成分更清晰全面地反映样品原始数据所含信息,以最大方差法对变量进行正交旋转,得到旋转后的成分矩阵(表4)。以5个主成分因子为变量绘制载荷图(图5)。载荷的绝对值越大,对主成分的贡献越大^[20]。1-4、9-11,5-8、12、1、13-14,15-16,17-18分别在主成分1,2,3,4,5上有相对较高的载荷,以29批样品的18个共有峰峰面积为变量,导入SIMCA 14.1软件,采用非监督模式识别方法进行主成分分析,结果29批样品可分为3组,与聚类分析结果基本一致。

为综合评价太原市市售党参饮片的整体质量,根据相应主成分的权重系数计算综合得分(得分越高,表明样品整体质量越好),并据此对不同批次样品质量排序^[21]。详见表5和图6。由表5可知,不同批次样品综合得分差异较大,其中S19样品综合得分最高,S7样品综合得分最低。通过聚类与综合得分结果整体分析,第一类(S1等)样品质量最优,第二类(S4等)样品质量次之,第三类(S7)样品质量最差。

表4 旋转后公共因子载荷矩阵表
Tab. 4 Public factor loading matrix after rotation

共有峰	主成分				
	1	2	3	4	5
3	-0.938	0.071	0.105	0.067	-0.143
10	0.920	0.283	-0.106	0.001	0.109
11	0.920	0.222	0.065	0.205	-0.003
9	0.793	0.232	0.227	0.437	0.091
2	-0.758	0.468	0.323	0.087	0.020
4	0.756	0.061	-0.378	0.136	0.139
1	-0.710	0.048	0.628	0.008	-0.040
7	0.452	0.813	-0.177	-0.071	0.025
8	0.118	0.809	-0.516	0.079	-0.005
12	0.077	0.780	-0.008	0.256	0.317
5	-0.299	0.770	0.100	0.039	-0.082
6	0.290	0.687	0.380	0.080	0.148
14	-0.149	-0.346	0.783	0.273	0.019
13	-0.128	0.270	0.714	-0.349	-0.122
16	-0.040	0.153	0.045	0.899	0.128
15	0.292	0.050	-0.114	0.710	-0.310
18	0.077	-0.041	-0.059	-0.221	0.904
17	-0.231	-0.322	0.024	-0.251	-0.759

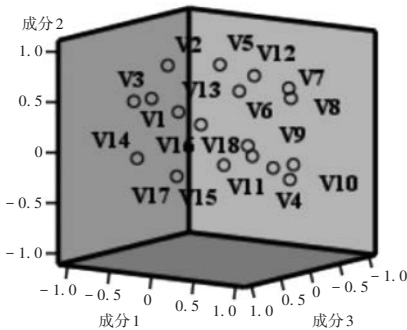


图5 主成分载荷图

Fig. 5 Loading plot of PCA

3 讨论

3.1 提取条件优化

预试验中分别以不同体积分数甲醇(100%, 50%, 70%, 90%),乙醇(90%, 100%, 50%, 70%)为提取溶剂,结果显示,提取溶剂为90%甲醇时,提取成分较多且主要色谱峰含量较高;对超声时间(15, 30, 45 min)和超声溶剂体积(15, 30, 45 mL)进行了考察,结果超声溶剂体积为30 mL、超声提取30 min效果较好。

3.2 色谱条件考察

预试验中对供试品溶液进行全波长扫描(190~400 nm),结果显示,在220 nm波长处色谱峰数量较多、响应值较高且色谱峰峰形较好,故选择220 nm为检测波长;考察了Agilent Zorbax Eclipse Plus、Agilent Zorbax StableBond和Waters XSelect® HSS T3这三类色谱柱(规

表5 29批党参药材饮片主成分得分、综合得分及排名

Tab. 5 Score,comprehensive score and rank of principal components in 29 batches of Codonopsis Radix Decoction Pieces

样品	主成分得分					综合得分	排名
	1	2	3	4	5		
S1	-0.35	-0.52	-1.78	1.30	0.96	-23.23	20
S2	-1.11	-1.48	0.03	0.18	0.85	-60.36	27
S3	-0.60	-0.79	0.01	0.86	0.83	-22.44	19
S4	-0.41	-1.37	0.98	-0.30	1.55	-21.33	18
S5	-0.60	-0.27	-1.12	0.06	0.63	-34.00	23
S6	-0.27	0.58	-0.49	0.82	-0.27	1.81	14
S7	-2.44	-0.47	1.23	1.17	-2.32	-90.17	29
S8	-0.63	-0.59	-0.02	-0.48	-0.25	-40.95	25
S9	-0.73	-0.12	-0.14	-0.33	-0.12	-34.16	24
S10	-0.81	-0.16	-0.85	0.58	0.43	-33.00	22
S11	-0.91	-0.32	-0.54	-0.24	0.34	-44.63	26
S12	-0.55	1.00	-0.30	0.36	0.22	1.78	15
S13	-0.78	-0.39	0.47	0.20	-0.47	-32.19	21
S14	1.22	-0.16	-1.16	1.01	0.58	41.48	6
S15	-0.58	-0.24	-0.97	-2.11	-1.30	-66.50	28
S16	0.89	-0.45	-0.75	-1.40	-1.84	-13.07	16
S17	1.04	-0.34	-1.47	-1.41	-2.00	-15.01	17
S18	1.13	-1.12	0.49	-0.15	-0.34	19.81	11
S19	0.68	2.46	0.73	-0.40	0.33	80.15	1
S20	0.76	0.44	-0.67	-1.04	0.96	26.19	9
S21	0.91	0.06	-0.94	-0.86	1.89	30.00	8
S22	-1.02	1.83	1.36	-1.79	0.70	3.77	13
S23	1.17	-0.88	1.16	0.45	-0.54	37.61	7
S24	1.15	1.75	-1.02	2.69	-1.29	79.35	2
S25	-0.56	1.41	0.58	0.15	0.00	15.78	12
S26	-0.54	1.69	0.56	-0.14	0.30	21.46	10
S27	1.39	-0.57	1.20	-0.08	0.25	53.34	4
S28	1.15	-0.49	1.43	0.43	0.10	52.51	5
S29	1.40	-0.52	2.00	0.47	-0.21	65.26	3

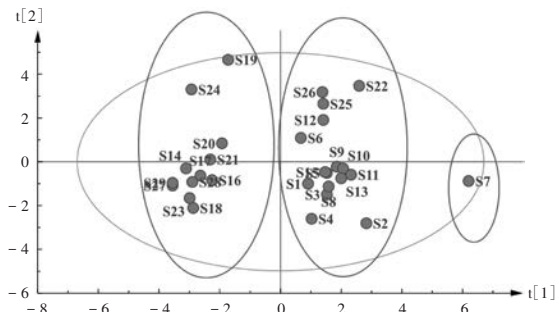


图6 29批党参药材饮片的主成分得分图

Fig. 6 PCA scoring plot of 29 batches of Codonopsis Radix Decoction Pieces

格均为250 mm×4.6 mm,5 μm),结果HSS T3色谱柱对极性较大的化合物有相对较好的保留,且在较短的

分析时间内实现目标化合物的较好分离;考察了流动相中不同添加剂(甲酸和磷酸)及其不同体积分数(0.1%磷酸、0.2%磷酸和0.5%磷酸)对色谱分离的影响,结果发现,以乙腈-0.5%磷酸水溶液为流动相时基线相对平稳,分离良好;考察了不同柱温(30,35,40℃)对结果的影响,结果显示,分离度随柱温升高显著改善,分析时间缩短,但柱温为40℃时反而影响分离度,故柱温选择35℃;考察了不同流速(1.0,1.2,1.5 mL/min)对结果的影响,结果发现,流速提高,分析时间缩短,但影响色谱峰分离,故选择流速为1.0 mL/min。

3.3 结果分析

本研究结果显示,太原市市售党参药材饮片化学成分一致性较好(S7样品除外),29批样品可聚为3类。综合得分排序结果表明,同一产地不同厂家样品存在质量差异,同一厂家不同批次样品质量也有优劣之分。主成分分析是在尽可能保持原有数据信息的前提下,通过降维处理的方法达到简化评价指标的目的。本研究中共得到5个主成分,其中色谱峰1-4、9-11,5-8、12、13-14、15-16、17-18对各个主成分的贡献较大,是导致太原市市售党参药材饮片质量差异的主要成分,峰面积较大的色谱峰4是影响S7样品质量的主要色谱峰之一,但色谱峰3、4、8、10、16、18在本研究中尚未得到指认,该部分相关性研究仍需借助液质联用、核磁共振等手段进一步确认,方可作为市售党参药材饮片的质量控制指标。后续研究将建立质量控制指标含量测定方法,进一步加强党参药材饮片质量控制,以保证产品的均一性。同时,本研究中发现,产地对党参药材饮片质量优劣也有重要影响,故需扩大不同产地样本量进一步考察产地对市售党参饮片的影响,以更全面地为党参药材饮片的质量研究提供参考。

综上所述,本研究中将指纹图谱、聚类分析及主成分分析结合,可全面评价市售党参药材饮片的质量,为其质量的规范性研究提供了参考。

参考文献

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典(一部)[M]. 北京:中国医药科技出版社,2020:293.
- [2] 韩喜桃,唐雅楠,刘子琴,等. 不同储藏条件对党参片质量的影响[J]. 中草药,2022,53(3):858-867.
- [3] 张立军,王国祥,蔡子平,等. 不同产地党参主要有效成分研究综述[J]. 甘肃农业科技,2020,12(12):65-69.
- [4] 张鑫,李建宽,赵玉静,等. 党参化学成分及其体外抗氧化活性分析[J]. 中国实验方剂学杂志,2018,24(24):53-59.
- [5] 武耀光. 党参成分对大鼠脑缺血再灌注损伤的保护作用研究[D]. 北京:北京中医药大学,2005.
- [6] ZHOU J, LI X, WANG YP, et al. Interventional effect of

- Codonopsis pilosula oligosaccharides against D - galactose - induced aging in SD rats via suppression of oxidative stress, inflammation, and apoptosis [J]. J Carbohydr Chem, 2021, 40(1-3):115-134.
- [7] HU N, GAO ZW, CAO P, et al. Uniform and disperse selenium nanoparticles stabilized by inulin fructans from Codonopsis pilosula and their anti - hepatoma activities [J]. Int J Biol Macromol, 2022, 203(1):105-115.
- [8] 高石曼. 党参药材的质量评价及其免疫调节和造血改善的药效物质基础研究[D]. 北京:北京协和医学院,2020.
- [9] 邹利,邱炳勋,刘珂,等. 党参米炒前后党参多糖与5-羟甲基糠醛的变化及其对胃肠平滑肌运动的影响[J]. 中草药, 2017, 48(1):149-154.
- [10] 吕立铭,高娟,李大炜,等. 不同炮制方法对党参指标性成分含量的影响[J]. 沈阳药科大学学报,2020,37(7):650-656.
- [11] 崔晓雯,卢曼菁,汪金玉,等. 岭南特色饮片熟党参 HPLC 指纹图谱及其炮制前后对比研究[J]. 中国现代应用药学, 2021, 38(8):953-958.
- [12] 黄娜娜,李俊,普俊学,等. 党参 HPLC 指纹图谱结合多种化学模式识别研究[J]. 中国现代应用药学,2022,39(16):2103-2111.
- [13] 陈倩萍,谢琦,党蕊,等. 基于超高效液相色谱指纹图谱和含量测定的党参和蜜麸炒党参配方颗粒质量评价[J]. 上海中医药杂志,2022,56(7):83-88.
- [14] 刘东方,赵丽娜,李银峰,等. 中药指纹图谱技术的研究进展及应用[J]. 中草药,2016,47(22):4085-4094.
- [15] 邹纯才,鄢海燕. 我国中药色谱指纹图谱相似度评价方法30年(1988-2017年)研究进展与展望[J]. 中国中药杂志, 2018, 43(10):1969-1977.
- [16] 何凤云,彭珊珊,周爽,等. 不同生长年限虎杖高效液相色谱指纹图谱研究[J]. 中国药业,2023,32(1):79-83.
- [17] 元晓静. 基于指纹图谱结合化学计量学的香砂胃脘颗粒质量评价[J]. 中国药业,2022,31(23):88-91.
- [18] WANG Y, HE T, WANG JJ, et al. High performance liquid chromatography fingerprint and headspace gas chromatography - mass spectrometry combined with chemometrics for the species authentication of Curcumae Rhizoma [J]. J Pharmaceut Biomed, 2021, 202:114144.
- [19] LI Y, SHEN Y, LIANG CL, et al. Quality assessment of herbal medicines based on chemical fingerprints combined with chemometrics approach: A review [J]. J Pharmaceut Biomed, 2020, 185:113215.
- [20] 周欣,张琳,毛婵,等. 基于化学计量学方法结合正交偏最小二乘判别分析的陈皮饮片 HPLC 指纹图谱研究[J]. 中草药,2019,50(9):2194-2200.
- [21] 许晨新,毛艺蓓,刘圣金,等. 基于指纹图谱和化学计量学的白芍产地溯源和质量评价[J]. 食品安全质量检测学报, 2022, 13(6):1849-1858.

(收稿日期:2022-10-27;修回日期:2023-04-02)