

中图分类号: R932; R284.1; R286.0

文献标志码: A

文章编号: 1006-4931(2024)21-0033-06

doi:10.3969/j.issn.1006-4931.2024.21.009



垂盆草饮片及其提取物高效液相色谱指纹图谱与多成分含量测定*

孟颖, 韩怡, 常晓艳, 屈芸, 钱伟, 蒋志涛[△]

(江苏省张家港市中医医院, 江苏 苏州 215600)

摘要:目的 评价垂盆草饮片及其提取物的质量。方法 采用高效液相色谱(HPLC)法测定垂盆草饮片中没食子酸、金丝桃苷、木犀草苷、槲皮素、山柰酚、异鼠李素的含量, 色谱柱为 Hanbon Hedera ODS-2 C₁₈ 柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm), 流动相为乙腈-0.1% 磷酸水溶液(梯度洗脱), 流速为 1.0 mL/min, 检测波长为 280 nm(没食子酸)和 350 nm(金丝桃苷、木犀草苷、槲皮素、山柰酚、异鼠李素), 柱温为 35℃, 进样量为 20 μL。建立 15 批垂盆草饮片及其提取物的 HPLC 指纹图谱, 采用中药色谱指纹图谱相似度评价系统(2004A 版)进行相似度评价, 结合主成分分析法对垂盆草饮片及其提取物进行质量评价。结果 15 批垂盆草饮片中 6 种成分平均含量为 0.005 4%~0.048 8%, RSD 为 3.05%~24.84%; 15 批垂盆草提取物中 6 种成分的平均含量为 0.032 3%~0.272 5%, RSD 为 44.06%~77.20%。共确定 20 个共有峰, 指出峰 1 为没食子酸、峰 9 为金丝桃苷、峰 10 为木犀草苷、峰 15 为槲皮素、峰 18 为山柰酚、峰 20 为异鼠李素。垂盆草饮片相似度为 0.739~0.942, 垂盆草提取物相似度为 0.735~0.998。主成分分析结果显示, 垂盆草饮片及其提取物分别得到 2 个和 3 个主成分, 累计方差贡献率分别为 97.130%, 94.648%; 垂盆草饮片及其提取物主成分综合得分排序按样品编号从大至小分别为 S2>S1>S3>S4>S5>S6>S9>S7>S8>S10>S12>S13>S11>S14>S15, T14>T12>T15>T13>T11>T7>T9>T1>T2>T8>T3>T10>T4>T6>T5。结论 所建立的方法简便快速、稳定可靠, 可用于垂盆草饮片及其提取物的质量控制与评价。

关键词: 垂盆草; 高效液相色谱法; 指纹图谱; 多成分含量测定; 主成分分析; 质量评价

HPLC Fingerprints and Multi-Component Content Determination of Decoction Slice and Extract of Sedi Herba

MENG Ying, HAN Yi, CHANG Xiaoyan, QU Yun, QIAN Wei, JIANG Zhitao

(Zhangjiagang Hospital of Traditional Chinese Medicine, Suzhou, Jiangsu, China 215600)

Abstract: Objective To evaluate the quality of decoction slice and extract of Sedi Herba. **Methods** High-performance liquid chromatography (HPLC) method was used to determine the contents of gallic acid, hypericin, luteolin, quercetin, kaempferol, and isorhamnetin in the decoction slice and extract of Sedi Herba. The chromatographic column was Hanbon Hedera ODS-2 C₁₈ column (250 mm×4.6 mm, 5 μm), the mobile phase was acetonitrile-0.1% phosphoric acid aqueous solution (gradient elution), the flow rate was 1.0 mL/min, the detection wavelengths were 280 nm (gallic acid) and 350 nm (hypericin, luteolin, quercetin, kaempferol, and isorhamnetin), the column temperature was 35℃, and the injection volume was 20 μL. The HPLC fingerprints of 15 batches of Chinese herbal medicine decoction pieces and their extracts were established, and the similarity evaluation was conducted by the Similarity Evaluation System for Fingerprint Chromatographic of Traditional Chinese Medicine (Version 2004). The quality of decoction slice and extract of Sedi Herba was evaluated by the principal component analysis (PCA). **Results** The average content of six components in 15 batches of decoction slice of Sedi Herba was in the range of 0.005 4% - 0.048 8%, with RSD of 3.05% - 24.84%. The average content of six components in 15 batches of extract of Sedi Herba was in the range of 0.032 3% - 0.272 5%, with RSD of 44.06% - 77.20%. A total of 20 common peaks were identified, with peak 1 identified as gallic acid, peak 9 as hypericin, peak 10 as luteolin, peak 15 as quercetin, peak 18 as kaempferol, and peak 20 as isorhamnetin. The results of PCA showed that there were two principal components in the decoction slice of Sedi Herba and three principal components in the extract of Sedi Herba, with cumulative variance contribution rates of 97.130% and 94.648%, respectively. The comprehensive scores of the principal components in the decoction slice and extract of Sedi Herba were ranked in descending order of sample number as S2>S1>S3>S4>S5>S6>S9>S7>S8>S10>S12>S13>S11>S14>S15, T14>T12>T15>T13>T11>T7>T9>T1>T2>T8>T3>T10>T4>T6>T5. **Conclusion** The established method is simple, rapid, stable, and reliable, which can be used for quality control and evaluation of the decoction slice and extract of Sedi Herba.

Key words: Sedi Herba; HPLC; fingerprint; multi-component content determination; principal component analysis; quality evaluation

* 基金项目: 江苏省卫生健康委员会医学科研项目[Z2022028]; 江苏省苏州市科技发展计划指导性项目[SKYXD2022066, SKYD2023228]; 江苏省苏州市科技发展计划项目[SKJYD2021201]; 江苏省张家港市卫生青年科技项目[ZJGQNKJ202235]; 江苏省张家港市科技计划项目[ZKS2124]。

第一作者: 孟颖, 女, 硕士, 中药师, 研究方向为医院制剂及中药质量控制, (电子信箱)eropink@163.com。

[△]通信作者: 蒋志涛, 男, 博士, 副主任药师, 研究方向为中药质量分析及医院药学, (电子信箱)253170992@qq.com。

垂盆草为景天科植物垂盆草 *Sedum sarmentosum* Bunge 的新鲜或干燥全草,夏、秋二季采收,主要含黄酮类、甾醇类、生物碱类、三萜类、氨基酸、挥发油等化学成分^[1],其中黄酮类成分是其发挥降酶保肝、抗肝损伤、抗肝纤维化、抗胆汁淤积、抗肿瘤等药理学作用的主要活性成分^[2-8]。我国垂盆草药材资源丰富,全国多地均有分布,由于地理条件、气候环境、生长年限不同,以及采收时间、加工、贮藏的标准不一,垂盆草药材及饮片的质量参差不齐。对垂盆草药材质量进行全面评价,可保证含垂盆草或垂盆草提取物的中药复方或中成药的药效^[9-10]。2020 年版《中国药典(一部)》^[11]中仅对垂盆草中槲皮素、山柰酚、异鼠李素 3 种黄酮类成分做了含量测定要求,无法全面评价垂盆草的质量。高效液相色谱(HPLC)指纹图谱、多指标成分含量测定结合化学计量学方法已广泛用于中药质量控制^[12-13]。本研究建立了垂盆草饮片及其提取物的 HPLC 指纹图谱,测定其中没食子酸、金丝桃苷、木犀草苷、槲皮素、山柰酚、异鼠李素 6 种成分的含量,并采用主成分分析(PCA)法对不同产地的垂盆草饮片及其提取物进行质量评价。现报道如下。

1 仪器与试药

1.1 仪器

Waters e2695 型高效液相色谱仪(美国 Waters 公司);MS-105DU 型电子天平(美国 Mettler Toledo 公司,精度为十万分之一);Biosafer-SB25-12DTD 型超声波清洗器(赛飞<中国>有限公司,功率为 300 W,频率为 45 kHz);RE-52AA 型旋转蒸发器(上海亚荣生化仪器厂);FM 型真空干燥箱(上海福玛实验设备有限公司);HWS-24 型电热恒温水浴锅(上海一恒科学仪器有限公司);AE-1106A 型电陶炉(佛山市顺德区爱卡生活电器有限公司,功率为 2 200 W)。

1.2 试药

没食子酸对照品(成都曼思特生物科技有限公司,批号为 MUST-21071405,纯度为 99.97%);金丝桃苷对照品(成都普瑞法技术开发有限公司,批号为 PRF9082421,纯度为 98%);木犀草苷对照品(批号为 PS011538),槲皮素对照品(批号为 PS012093),山柰酚对照品(批号为 PS012689,纯度为 98.0%),异鼠李素对照品(批号为 PS010460),均购自成都普思生物科技股份有限公司,纯度均为 98.0%;水为超纯水,甲醇、乙腈为色谱纯,其余试剂均为分析纯;15 批垂盆草饮片(编号为 S1-S15,信息见表 1),经江苏省张家港市中医医院余辉主任中药师鉴定均为正品。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱:Hanbon Hedera ODS-2 C₁₈ 柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm);流动相:乙腈(A)-0.1% 磷酸水溶

表 1 15 批垂盆草饮片样品信息

Tab. 1 Information of 15 batches of decoction slice of *Sedum sarmentosum* samples

编号	生产企业	产地	批号
S1-S5	南通三越中药饮片有限公司	江苏	210715,210829,210910,211004,211125
S6-S10	安徽省万生中药饮片有限公司	安徽	210301,210415,210527,210618,210715
S11-S15	康美药业股份有限公司	广东	210602801,210711301,210816501,210910201,211007601

液(B),梯度洗脱(0~10 min 时 5%A,10~20 min 时 5%A→10%A,20~30 min 时 10%A→13%A,30~35 min 时 13%A→16%A,35~60 min 时 16%A→20%A,60~75 min 时 20%A→25%A,75~85 min 时 25%A→28%A,85~110 min 时 28%A→32%A,110~115 min 时 32%A→5%A);流速:1.0 mL/min;柱温:35℃;检测波长:280 nm(0~40 min,没食子酸),350 nm(40~115 min,金丝桃苷、木犀草苷、槲皮素、山柰酚、异鼠李素);进样量:20 μL。

2.2 溶液制备

分别取没食子酸、金丝桃苷、木犀草苷、槲皮素、山柰酚、异鼠李素对照品各适量,精密称定,置 5 mL 容量瓶中,加甲醇溶解并定容,即得质量浓度分别为没食子酸 1.078 mg/mL、金丝桃苷 0.846 mg/mL、木犀草苷 1.562 mg/mL、槲皮素 0.872 mg/mL、山柰酚 1.012 mg/mL、异鼠李素 0.686 mg/mL 的单一对照品贮备液。再分别精密吸取没食子酸、金丝桃苷、木犀草苷、槲皮素、山柰酚、异鼠李素对照品贮备液 100,150,80,400,100,150 μL,置 25 mL 容量瓶中,加甲醇定容,配制成质量浓度分别为没食子酸 4.312 μg/mL、金丝桃苷 5.076 μg/mL、木犀草苷 4.998 μg/mL、槲皮素 13.952 μg/mL、山柰酚 4.048 μg/mL、异鼠李素 4.116 μg/mL 的混合对照品溶液。

取垂盆草饮片 50 g,加水 600 mL,置陶瓷煲中浸泡 30 min,先用电陶炉(功率为 2 200 W)加热至沸,再用电陶炉(功率为 200 W)保持微沸煎煮 30 min,滤过,药渣加水 600 mL,再用电陶炉(功率为 2 200 W)加热至沸,电陶炉(功率为 200 W)保持微沸煎煮 30 min,滤过,合并滤液,80℃减压浓缩至相对密度为 1.25~1.30 的稠膏,60℃减压干燥至干膏,即得垂盆草提取物(编号为 T1-T15)。

分别取垂盆草饮片 1.0 g,垂盆草提取物 0.5 g,精密称定,精密加入甲醇-25% 盐酸溶液(4:1,V/V) 25 mL,称定质量,加热回流 1 h,放冷,再称定质量,用甲醇-25% 盐酸溶液(4:1,V/V)补足减失的质量,摇匀,滤过,取续滤液,0.45 μm 微孔滤膜滤过,即得垂盆草饮片及其提取物供试品溶液。

2.3 方法学考察

线性关系考察:分别精密吸取 2.2 项下对照品贮备液 0.05, 0.1, 0.2, 0.5, 1.0, 1.5 mL, 置 10 mL 容量瓶中, 加甲醇稀释成系列质量浓度的对照品溶液, 按 2.1 项下色谱条件进样测定, 以对照品溶液质量浓度($X, \mu\text{g}/\text{mL}$)为横坐标、峰面积(Y)为纵坐标进行线性回归。结果见表 2。

表 2 线性关系考察结果

Tab. 2 Results of the linear relation test			
成分	回归方程	r	线性范围($\mu\text{g}/\text{mL}$)
没食子酸	$Y = 6\,495.7X + 15\,176$	0.999 2	5.39 ~ 161.70
金丝桃苷	$Y = 10\,810X + 2\,237.7$	0.999 6	4.23 ~ 126.90
木犀草苷	$Y = 14\,048X + 2\,849.6$	0.999 7	7.81 ~ 234.30
槲皮素	$Y = 48\,963X + 176.14$	0.999 9	4.36 ~ 130.80
山柰酚	$Y = 14\,749X - 77.797$	0.999 8	5.06 ~ 151.80
异鼠李素	$Y = 14\,653X - 980.36$	0.999 9	3.43 ~ 102.90

精密度试验:精密量取垂盆草饮片供试品溶液(编号为 S1), 按 2.1 项下色谱条件进样测定 6 次, 以峰 15(槲皮素)为参照峰。结果 20 个共有峰相对保留时间和相对峰面积的 RSD 分别小于 0.15% ($n = 6$) 和 1.13% ($n = 6$), 表明仪器精密度良好。

重复性试验:取样品(编号为 S1), 按 2.2 项下方法平行制备供试品溶液 6 份, 按 2.1 项下色谱条件进样测定, 以峰 15(槲皮素)为参照峰。结果 20 个共有峰相对保留时间和相对峰面积的 RSD 分别小于 0.13% ($n = 6$) 和 2.04% ($n = 6$), 表明方法重复性良好。

稳定性试验:取垂盆草饮片供试品溶液(编号为

S1), 分别于室温放置 0, 2, 4, 8, 16, 24 h 时按 2.1 项下色谱条件进样测定, 以峰 15(槲皮素)为参照峰。结果 20 个共有峰相对保留时间和相对峰面积的 RSD 分别小于 0.15% ($n = 6$) 和 1.21% ($n = 6$), 表明供试品溶液在室温放置 24 h 内稳定性良好。

加样回收试验:取已知含量的样品(编号为 S1)粉末 6 份, 每份 0.5 g, 精密称定, 分别精密量取混合对照品溶液适量, 按 2.2 项下方法制备供试品溶液, 按 2.1 项下色谱条件进样测定。结果没食子酸、金丝桃苷、木犀草苷、槲皮素、山柰酚、异鼠李素的加样回收率分别为 101.21%, 101.06%, 100.86%, 99.55%, 100.03%, 100.79%, RSD 分别为 0.39%, 1.02%, 1.73%, 1.19%, 2.10%, 1.83% ($n = 6$), 表明方法准确度良好。

2.4 样品含量测定

精密量取 2.2 项下垂盆草饮片及其提取物供试品溶液各 10 μL , 按 2.1 项下色谱条件进样测定, 计算含量。结果 15 批垂盆草饮片中 6 种成分的平均含量为 0.005 4% ~ 0.048 8%, RSD 为 3.05% ~ 24.84%; 15 批垂盆草提取物中 6 种成分的平均含量为 0.032 3% ~ 0.272 5%, RSD 为 44.06% ~ 77.20%。表明不同产地间垂盆草饮片及其提取物中 6 种成分含量差异较大, 产地对垂盆草饮片及其提取物的质量有一定影响。详见表 3。

2.5 HPLC 指纹图谱建立与分析

指纹图谱建立:取 2.2 项下 15 批垂盆草饮片及其

表 3 垂盆草饮片及其提取物中 6 种成分含量测定结果(% , $n = 3$)

Tab. 3 Results of the content determination of six components in the decoction slice and extract of Sedi Herba (% , $n = 3$)													
垂盆草饮片							垂盆草提取物						
编号	没食子酸	金丝桃苷	木犀草苷	槲皮素	山柰酚	异鼠李素	编号	没食子酸	金丝桃苷	木犀草苷	槲皮素	山柰酚	异鼠李素
S1	0.057 3	0.006 8	0.010 1	0.012 1	0.015 0	0.010 2	T1	0.141 5	0.039 2	0.022 3	0.142 4	0.041 2	0.069 0
S2	0.054 1	0.005 0	0.009 5	0.011 9	0.014 6	0.011 0	T2	0.145 3	0.040 1	0.021 8	0.149 7	0.042 9	0.063 4
S3	0.055 9	0.004 1	0.010 8	0.011 4	0.014 4	0.009 6	T3	0.144 0	0.040 4	0.023 4	0.141 4	0.040 7	0.062 8
S4	0.053 1	0.006 4	0.010 2	0.012 6	0.015 1	0.010 0	T4	0.143 1	0.039 7	0.021 5	0.142 3	0.043	0.060 2
S5	0.051 2	0.004 9	0.009 2	0.011 7	0.014 3	0.010 4	T5	0.142 7	0.038 5	0.024 6	0.139 8	0.039 8	0.061 0
S6	0.036 4	0.007 3	0.010 9	0.019 3	0.015 5	0.005 9	T6	0.184 5	0.033 3	0.021 2	0.090 8	0.040 5	0.043 8
S7	0.032 6	0.005 4	0.011 2	0.020 1	0.014 8	0.007 2	T7	0.226 0	0.028 8	0.024 1	0.046 3	0.043 8	0.021 8
S8	0.034 8	0.006 8	0.009 3	0.019 6	0.015 8	0.006 7	T8	0.189 0	0.033 2	0.021 8	0.088 3	0.041 6	0.044 0
S9	0.038 4	0.007 4	0.011 3	0.019 1	0.014 7	0.009 8	T9	0.261 2	0.026 7	0.028 5	0.044 4	0.039 1	0.021 1
S10	0.039 0	0.006 1	0.010 7	0.020 1	0.015 6	0.005 5	T10	0.187 5	0.031 7	0.021 9	0.088 4	0.041 2	0.042 2
S11	0.051 9	0.005 0	0.008 9	0.012 9	0.015 1	0.010 8	T11	0.438 8	0.097 9	0.025 6	0.441 5	0.095 3	0.132 8
S12	0.056 8	0.003 5	0.009 6	0.011 7	0.014 7	0.009 8	T12	0.452 7	0.009 3	0.072 8	0.456 5	0.098 6	0.134 5
S13	0.058 3	0.004 1	0.009 2	0.012 3	0.015 6	0.011 0	T13	0.490 6	0.010 1	0.070 8	0.452 3	0.091 7	0.128 4
S14	0.052 8	0.004 8	0.009 0	0.013 1	0.015 3	0.010 3	T14	0.472 9	0.008 9	0.073 0	0.462 9	0.090 2	0.124 3
S15	0.058 8	0.003 8	0.010 1	0.012 6	0.014 9	0.011 2	T15	0.468 2	0.007 3	0.071 7	0.450 9	0.097 0	0.131 9
$\bar{X}$	0.048 8	0.005 4	0.010 0	0.014 7	0.015 0	0.009 3	$\bar{X}$	0.272 5	0.032 3	0.036 3	0.222 5	0.059 1	0.076 1
RSD	19.54	23.87	8.25	24.84	3.05	20.92	RSD	53.16	68.20	61.64	77.20	44.06	55.39

提取物供试品溶液、混合对照品溶液各适量,按 2.1 项下色谱条件进样测定,记录色谱图,将其 AIA 格式分别导入中药色谱指纹图谱相似度评价系统(2004A 版),以编号为 S1 样品的色谱图为参照图谱,采用中位数法,设置时间窗宽度为 0.2 min,进行多点校正和色谱峰匹配,经全峰匹配后得垂盆草饮片及其提取物的叠加图

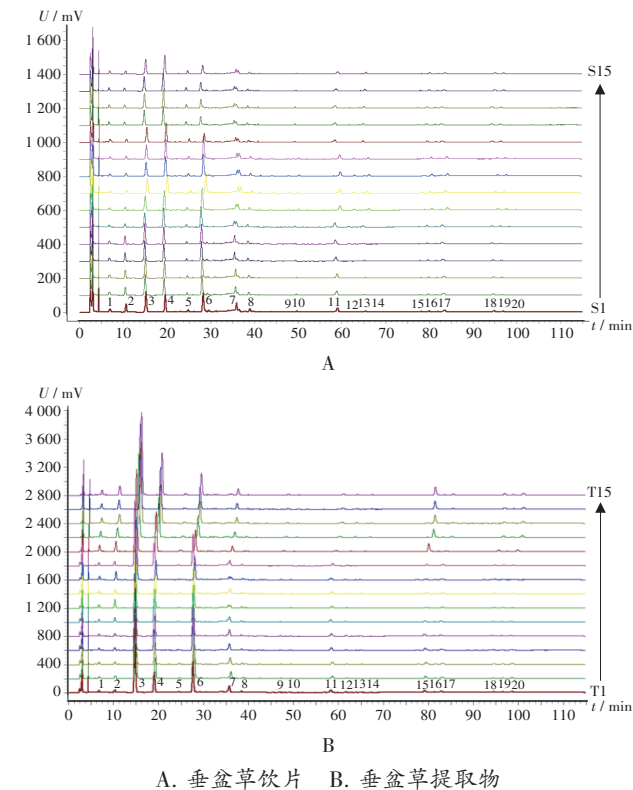


图 1 15 批垂盆草饮片及其提取物高效液相色谱叠加指纹图谱
A. Decoction slice of Sedi Herba B. Extracts of Sedi Herba
Fig. 1 HPLC overlay fingerprints of 15 batches of decoction slice and extract of Sedi Herba

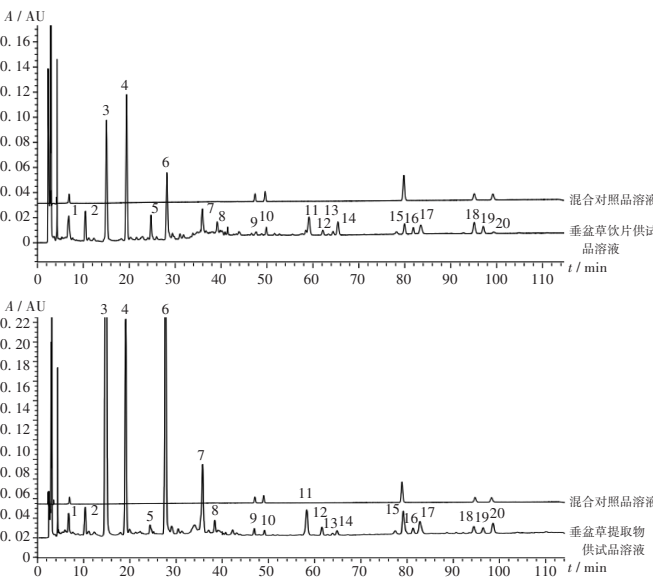


图 2 垂盆草饮片及其提取物高效液相色谱对照指纹图谱
Fig. 2 HPLC reference fingerprints of decoction slice and extract of Sedi Herba

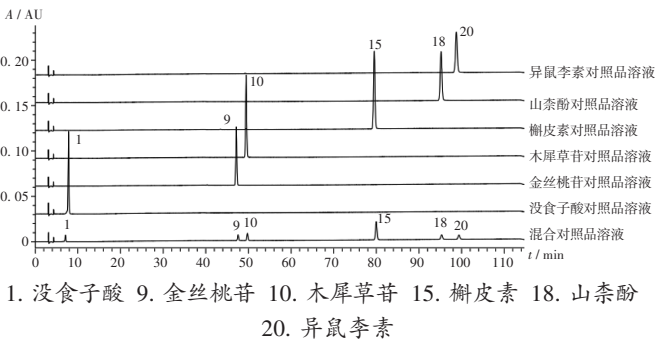


图 3 6 种单一对照品溶液与混合对照品溶液高效液相色谱图
1. Gallic acid 9. Hypericin 10. Luteolin 15. Quercetin 18. Kaempferol
20. Isorhamnetin

Fig. 1 HPLC chromatograms of single solution and mixed solution of six reference substances

谱和对照图谱。结果 15 批不同来源的垂盆草饮片及其提取物均确定 20 个共有峰。详见图 1 和图 2。通过与混合对照品溶液色谱图(图 3)比对,指认出峰 1 为没食子酸、峰 9 为金丝桃苷、峰 10 为木犀草苷、峰 15 为槲皮素、峰 18 为山柰酚、峰 20 为异鼠李素。

相似度评价:通过中药色谱指纹图谱相似度评价系统(2004A 版)对 15 批垂盆草饮片及其提取物进行相似度评价。15 批不同来源的垂盆草饮片及其提取物的整体相似度较高,主要成分有较好的一致性。详见表 4。垂盆草饮片及其提取物各共有峰峰面积的 *RSD* 分别为 3.44%~49.57% 和 3.68%~76.90%,且均是峰 3、峰 4、峰 6、峰 7(成分未知)的峰面积相对较高。垂盆草提取物的共有峰峰面积差异整体较大,垂盆草饮片差异整体较小,表明 15 批垂盆草饮片间的质量差异较小,15 批垂盆草提取物间的质量差异较大。

表 4 15 批垂盆草饮片及其提取物相似度评价结果
Tab. 4 Similarity evaluation results of 15 batches of decoction slice and extract of Sedi Herba

垂盆草饮片		垂盆草提取物	
编号	相似度	编号	相似度
S1	1.000	T1	1.000
S2	0.878	T2	0.811
S3	0.887	T3	0.993
S4	0.841	T4	0.923
S5	0.865	T5	0.998
S6	0.923	T6	0.918
S7	0.862	T7	0.984
S8	0.855	T8	0.993
S9	0.937	T9	0.763
S10	0.942	T10	0.914
S11	0.879	T11	0.735
S12	0.739	T12	0.812
S13	0.848	T13	0.793
S14	0.745	T14	0.804
S15	0.905	T15	0.811

成分含量分析:PCA 前先进行 *KMO* 检验和 Bartlett 检验,得 *KMO* 度量值分别为 0.854, 0.813, $P < 0.001$,提示可进行 PCA。采用 SPSS 22.0 统计学软件分析,得主成分特征值和方差贡献率(表 5)及主成分旋转矩阵(表 6)。可见,垂盆草饮片有 2 个主成分特征值大于 1,累计方差贡献率为 97.130%,其中主成分 1 与峰 1、峰 4、峰 7、峰 9-10、峰 12-13、峰 15、峰 18-20 的相关性较好,主成分 2 与峰 2-3、峰 5-6、峰 8、峰 11、峰 14、峰 16-17 的相关性较好;垂盆草提取物有 3 个主成分

特征值大于 1, 累计方差贡献率为 94.648%, 主成分 1 与峰 1-6、峰 8-15、峰 17、峰 20 的相关性较好, 主成分 2 与峰 7、峰 16 的相关性较好, 主成分 3 与峰 18-19 的相关性较好。以贡献率为权重系数计算综合得分并进行排序, 结果见表 7。可见, 15 批垂盆草饮片及其提取物综合得分差异较小。15 批垂盆草饮片中, 排名 1-5 的样品均购于南通三越中药饮片有限公司, 排名 6-10 的样品均购于安徽省万生中药饮片有限公司, 排名 11-15 的样品均购于康美药业股份有限公司; 15 批垂盆草提取物中, 排名 1-5 的所用饮片均购于康美药业股份有限公司, 排名 10-15 的所用饮片购于南通三越中药饮片有限公司和安徽省万生中药饮片有限公司。采用 SIMCA 14.1 软件分别对 15 批垂盆草饮片及其提取物中 20 个共有峰峰面积进行分析, 所有数据点均在 95% 置信区间(95%CI)内, 得分图与载荷图分别见图 4 和图 5。

表 5 15 批垂盆草饮片及其提取物主成分特征值与方差贡献率
Tab. 5 Eigenvalue and variance contribution rate of 15 batches of decoction slice and extract of Sedi Herba

主成分 因子	垂盆草饮片			垂盆草提取物		
	特征值	方差	累计方差	特征值	方差	累计方差
		贡献率(%)	贡献率(%)		贡献率(%)	贡献率(%)
1	11.738	58.691	58.691	13.826	69.128	69.128
2	7.688	38.439	97.130	3.414	17.071	86.199
3				1.690	8.449	94.648

表 6 15 批垂盆草饮片及其提取物主成分旋转矩阵
Tab. 6 Rotating component matrix of 15 batches of decoction slice and extract of Sedi Herba

峰号	垂盆草饮片			垂盆草提取物		
	主成分 1	主成分 2	主成分 1	主成分 2	主成分 3	
1	-0.988	-0.016	0.979	-0.177	0.065	
2	-0.447	0.893	0.904	-0.419	-0.011	
3	-0.479	0.873	0.976	0.157	0.041	
4	0.874	-0.466	0.982	0.116	0.034	
5	-0.365	-0.920	0.874	0.438	-0.024	
6	0.701	0.708	-0.798	0.520	0.049	
7	0.879	0.442	-0.173	0.825	0.075	
8	0.342	0.821	-0.790	-0.345	-0.083	
9	0.952	0.265	0.981	0.159	0.035	
10	0.874	0.479	0.957	-0.208	0.048	
11	0.438	0.885	-0.934	0.334	-0.023	
12	0.997	0.002	0.775	0.585	0.130	
13	0.948	0.000	0.888	-0.245	0.047	
14	0.318	-0.943	0.974	0.183	0.098	
15	0.984	-0.169	0.969	0.222	0.046	
16	0.593	-0.801	-0.108	0.972	0.083	
17	0.644	0.762	-0.923	0.367	0.003	
18	0.771	-0.606	0.654	0.095	-0.749	
19	0.976	-0.196	0.425	-0.003	0.899	
20	0.957	-0.254	0.761	0.391	-0.505	

表 7 15 批垂盆草饮片及其提取物的综合得分与排序
Tab. 7 Comprehensive score and ranking of 15 batches of decoction slice and extract of Sedi Herba

垂盆草饮片			垂盆草提取物		
编号	综合得分	排序	编号	综合得分	排序
S1	1.44	2	T1	-0.68	8
S2	1.47	1	T2	-0.68	9
S3	1.43	3	T3	-0.70	11
S4	1.30	4	T4	-0.74	13
S5	1.16	5	T5	-0.78	15
S6	-0.56	6	T6	-0.74	14
S7	-0.64	8	T7	-0.52	6
S8	-0.66	9	T8	-0.69	10
S9	-0.63	7	T9	-0.56	7
S10	-0.68	10	T10	-0.72	12
S11	-0.71	13	T11	1.20	5
S12	-0.69	11	T12	1.44	2
S13	-0.70	12	T13	1.26	4
S14	-0.73	14	T14	1.47	1
S15	-0.80	15	T15	1.43	3

3 讨论

3.1 色谱条件选择

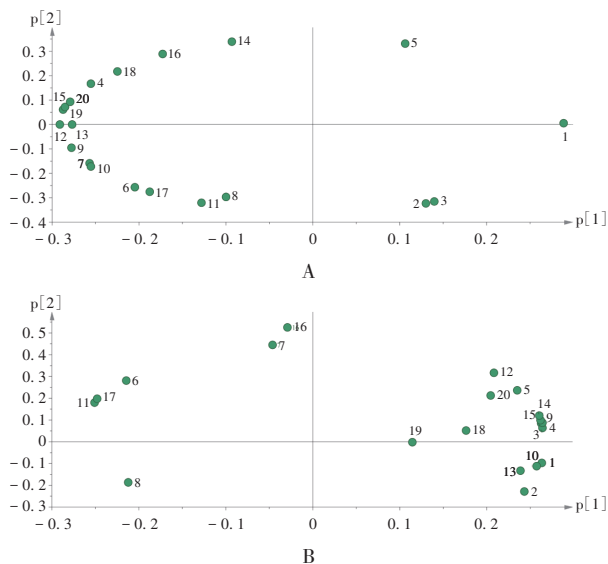
曾考察乙腈-0.1%磷酸水溶液、乙腈-0.1%乙酸钠水溶液、甲醇-0.1%磷酸水溶液等不同流动相系统, 发现乙腈-0.1%磷酸水溶液条件下, 色谱仪压力适中, 各色谱峰峰形、分离度均良好。故流动相选择乙腈-0.1%磷酸水溶液(梯度洗脱)。采用二极管阵列检测器(PDA)在 200~400 nm 波长范围内对垂盆草供试品溶液进行全波长扫描, 综合考虑末端吸收、检测灵敏度和其他干扰因素, 确定采用波长切换法。检测波长选择 0~40 min 时在 280 nm 波长处检测酚酸类成分没食子酸, 40~115 min 时在 350 nm 波长处检测黄酮类成分金丝桃苷、木犀草苷、槲皮素、山柰酚、异鼠李素。

3.2 指标性成分选择

通过查阅文献[1-2, 14-15]和比对对照品, 指认了指纹图谱中没食子酸、金丝桃苷、木犀草苷、槲皮素、山柰酚、异鼠李素 6 种成分, 但未能明确共有峰峰面积相对较高的几个色谱峰(峰 3-4、峰 6-7)成分。黄酮类成分是垂盆草中主要活性成分, 指认并测定的 6 种成分中除没食子酸为酚酸类成分, 金丝桃苷、木犀草苷、槲皮素、山柰酚、异鼠李素均为黄酮类成分, 以其作为垂盆草质量评价的指标性成分有一定合理性。

3.3 样品含量测定结果分析

本研究结果显示, 15 批垂盆草饮片及其提取物指

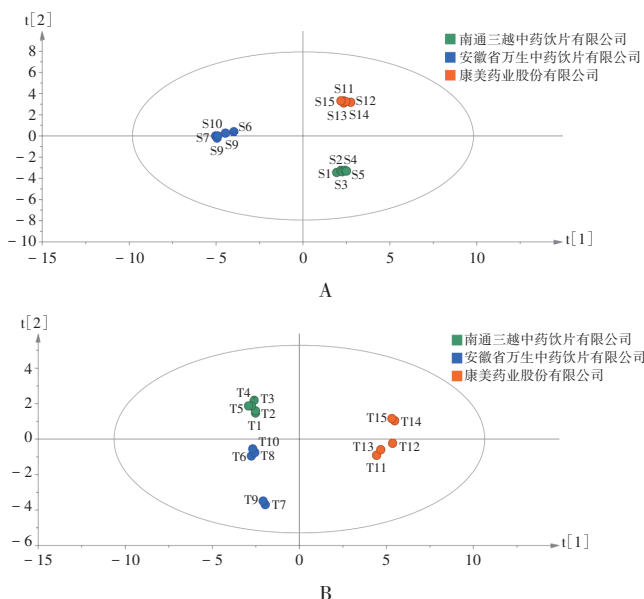


A. 垂盆草饮片 B. 垂盆草提取物

图4 主成分分析得分图

A. Decoction slice of Sedi Herba B. Extract of Sedi Herba

Fig. 4 Score plots of PCA



A. 垂盆草饮片 B. 垂盆草提取物

图5 主成分分析载荷图

A. Decoction slice of Sedi Herba B. Extract of Sedi Herba

Fig. 5 Loading plots of PCA

纹图谱的一致性良好,不同产地、批次间垂盆草饮片及其提取物成分含量差异较大,表明垂盆草提取物制备工艺对垂盆草中成分含量的影响不同。从垂盆草饮片综合得分来看,购于南通三越中药饮片有限公司的垂盆草质量优于安徽省万生中药饮片有限公司和康美药业股份有限公司;从垂盆草提取物综合得分来看,购于康美药业股份有限公司的垂盆草饮片制得的垂盆草提取物质量更佳。但本研究中纳入的垂盆草样品生产厂家、产地及批次较少,后期仍需更多批次的样本进行研

究考证。

3.4 方法评价

本研究中建立的方法简便快速、稳定可靠,可用于垂盆草饮片及其提取物的质量控制与评价。

参考文献

- [1] 杨迎迎,万新焕,刘英男,等. 垂盆草化学成分及药理作用研究进展[J]. 中国中药杂志,2020,45(18):4341-4348.
- [2] JIANG ZT, WANG X, WANG JC, et al. Simultaneous determination of eight flavonoids in *Sedum sarmentosum* Bunge from different areas by UHPLC with triple quadrupole MS/MS[J]. Biomed Chromatogr, 2019, 33(9): e4601.
- [3] JIANG ZT, YANG X, HAN Y, et al. Sarmentosin promotes USP17 and regulates Nrf2-mediated mitophagy and cellular oxidative stress to alleviate APAP-induced acute liver failure[J]. Phytomedicine, 2022, 104: 154337.
- [4] 魏海云,杜星锴,何俊,等. 基于网络药理学与分子对接研究垂盆草治疗急性肝损伤的分子机制[J]. 华西药学杂志, 2022, 37(2): 149-154.
- [5] JIANG ZT, HAN Y, ZHANG YC, et al. *Sedum sarmentosum* Bunge Attenuates Drug-Induced Liver Injury via Nrf2 Signaling Pathway: An Experimental Verification Based on Network Pharmacology Prediction [J]. J Healthc Eng, 2021, 2021: 1142638.
- [6] 尹怡铭,万新焕,赵方舒,等. 垂盆草在肝病治疗中的药理作用及临床应用研究进展[J]. 中国药房, 2021, 32(19): 2429-2432.
- [7] 蒋志涛,王雪,韩怡,等. 垂盆草总黄酮对APAP诱导小鼠肝损伤的保护作用[J]. 中成药, 2021, 43(2): 349-355.
- [8] 林远灿,骆海莺,刘慧芳,等. 垂盆草总黄酮调控Smads通路抑制肝星状细胞活化的抗肝纤维化机制研究[J]. 中国中药杂志, 2020, 45(3): 631-635.
- [9] 白钢,张铁军,刘昌孝. 基于监管科学的中药质量评价方法的整合研究思路和发展方向[J]. 中草药, 2022, 53(20): 6313-6318.
- [10] 李天娇,包永睿,王帅,等. 中药质量控制与评价创新方法研究进展及应用[J]. 中草药, 2022, 53(20): 6319-6327.
- [11] 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: 223.
- [12] 孙庆妹,王琼晓,尤金玲,等. 基于HPLC指纹图谱和多成分定量的玄参质量评价研究[J]. 中草药, 2023, 54(20): 6827-6835.
- [13] 杨小催,郭凯欣,李燕芳,等. 基于指纹图谱结合化学计量学评价栽培与野生五指毛桃质量[J]. 中国药业, 2023, 32(19): 63-69.
- [14] 游梦,夏梦棋,于亚云,等. 基于指纹图谱结合多成分化学模式分析的复方垂盆草降酶颗粒质量控制研究[J]. 中国现代应用药学, 2020, 37(21): 2610-2616.
- [15] 郭廷东,兰杨,姜红,等. 不同产地垂盆草HPLC指纹图谱研究[J]. 川北医学院学报, 2020, 35(3): 522-524.

(收稿日期:2023-10-25;修回日期:2024-05-29)