

中图分类号:R917;R927;R284.1 文献标志码:A 文章编号:1006-4931(2025)20-0078-04
doi:10.3969/j.issn.1006-4931.2025.20.017



宫炎康颗粒高效液相色谱指纹图谱研究*

黄招光¹, 薛阳², 周彩丽³, 周云峰¹, 邓杰华^{1△}

(1. 江西省宜春市检验检测中心, 江西 宜春 336000; 2. 江西省宜春市袁州区慈化镇中心卫生院, 江西 宜春 336000; 3. 宜春学院第二附属医院, 江西 宜春 336000)

摘要:目的 建立宫炎康颗粒高效液相色谱(HPLC)指纹图谱。方法 采用HPLC法分析24批样品,以中药色谱指纹图谱相似度评价系统(2012版)建立HPLC指纹图谱,进行相似度评价、共有峰确定和特征峰指认。结果 共标定19个共有峰,指认出其中7种成分,分别为绿原酸(峰6)、咖啡酸(峰8)、菊苣酸(峰9)、芍药苷(峰10)、阿魏酸(峰12)、迷迭香酸(峰15)、盐酸巴马汀(峰18)。24批样品的指纹图谱与对照指纹图谱的相似度均大于0.9。结论 所建立的HPLC指纹图谱方法简便、可靠、重复性好,可用于宫炎康颗粒的质量控制。
关键词:宫炎康颗粒;高效液相色谱法;指纹图谱;质量控制

Study on HPLC Fingerprint of Gongyankang Granules

HUANG Zhaoguang¹, XUE Yang², ZHOU Caili³, ZHOU Yunfeng¹, DENG Jiehua¹

(1. The Inspection and Testing Center of Yichun, Yichun, Jiangxi, China 336000; 2. Yichun City Yuanzhou District Cihua Town Central Health Hospital, Yichun, Jiangxi, China 336000; 3. The Second Affiliated Hospital of Yichun University, Yichun, Jiangxi, China 336000)

Abstract: **Objective** To establish high-performance liquid chromatography (HPLC) fingerprint of Gongyankang granules. **Methods** HPLC method was used to analyze 24 batches of samples. The HPLC fingerprint was established using the Similarity Evaluation System for Chromatographic Fingerprint of Traditional Chinese Medicine (2012 edition), similarity evaluation, confirmation of common peaks, and identification of characteristic peaks were performed. **Results** A total of 19 common peaks were calibrated,

*基金项目:江西省药品监督管理局科研项目[2022JS19]。

第一作者:黄招光,男,硕士,主管中药师,研究方向为中药学,(电子信箱)2017848560@qq.com。

△通信作者:邓杰华,女,硕士,主管中药师,研究方向为中药学,(电子信箱)dengjiehua1212@163.com。

综上所述,所建立的方法操作简便,专属性强,准确度和重复性良好,可用于柴胡三参胶囊的质量控制。

参考文献

- [1] 杨成龙,何涛,刘建和,等. “柴胡三参胶囊”预处理对大鼠心肌缺血再灌注损伤的保护作用及其与 MLK3-p38 MAPK-NLRP3 信号通路的关系[J]. 江苏中医药,2023,55(7):68-73.
- [2] 谭彩,刘建和,袁恒佑,等. 柴胡三参胶囊对阿霉素心血管毒性小鼠 PI3K-Akt 通路表达及相关凋亡蛋白的影响[J]. 中国老年学杂志,2024,44(10):2471-2477.
- [3] 刘锦霞,刘建和. 柴胡三参胶囊治疗室性期前收缩35例临床观察[J]. 中医药导报,2015,21(9):63-65.
- [4] 胡雅琪,孙丽,李雪珂,等. 基于 PKCβ II / NOX2 / ROS 信号通路探讨柴胡三参胶囊对心肌缺血再灌注损伤大鼠的保护作用[J]. 中国中药杂志,2024,49(5):1361-1368.
- [5] 刘建和,何少平,胡熙苒,等. 柴胡三参胶囊对心肌缺血心律失常模型大鼠心肌细胞 Ca²⁺ 及 SERCA2a mRNA 表达的影响[J]. 中华中医药杂志,2010,25(10):1574-1576.
- [6] 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,2020:123-124,316,579,599,956,981,1134.
- [7] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典中药材显微鉴别彩色图鉴[M]. 北京:人民卫生出版社,2009:168,374.
- [8] 国家中医药管理局中华本草编委会. 中华本草[M]. 上海:上海科学技术出版社,1998:215-216.
- [9] 张旭. 基于 hiPSC-CMs 探讨丹酚酸 B 与人参皂苷 Re 抗心肌缺血再灌注损伤及配伍机制[D]. 哈尔滨:哈尔滨商业大学,2021.
- [10] 王春花. 丹酚酸 B 抑制 NF-κB 活化改善血管紧张素 II 诱导心肌成纤维细胞向肌成纤维细胞转化的实验研究[D]. 贵阳:贵州医科大学,2018.
- [11] 曹洪鸣,孙晖,刘畅,等. 丹酚酸 B 对冠状动脉粥样硬化性心脏病的作用机制研究进展[J]. 中国中药杂志,2025,50(6):1449-1457.
- [12] 韩岩炜,孙桂波. 丹酚酸 B 对心肌缺血再灌注损伤的作用[J]. 中国病理生理杂志,2024,40(8):1408-1416.
- [13] 付琳,付强,李冀,等. 黄连化学成分及药理作用研究进展[J]. 中医医学报,2021,49(2):87-92.
- [14] FENG X, SUREDA A, JAFARI S, et al. Berberine in cardiovascular and metabolic diseases: from mechanisms to therapeutics[J]. Theranostics, 2019, 9(7):1923-1951.
- [15] 李彦,孙洪胜,李玥,等. 青连宁心胶囊在缺血性心律失常模型大鼠体内的药效学与药动学研究[J]. 中国药房,2022,33(6):699-705.
- [16] 林青薇,李沛波,吴灏,等. 盐酸小檗碱的心血管药理活性研究进展[J]. 药学研究,2022,41(2):117-121.

(收稿日期:2024-12-02;修回日期:2025-04-07)

among which 7 components were identified, namely chlorogenic acid (peak 6), caffeic acid (peak 8), chicoric acid (peak 9), paeoniflorin (peak 10), ferulic acid (peak 12), rosmarinic acid (peak 15), and palmatine hydrochloride (peak 18). The similarity between the fingerprint profiles of 24 batches of samples and the reference fingerprint was all higher than 0.9. **Conclusion** The established HPLC fingerprint method is simple, reliable, and reproducible, and can be used for the quality control of Gongyankang Granules.

Key words: Gongyankang Granules; HPLC; fingerprint; quality control

宫炎康颗粒由当归、赤芍、北败酱、香附(醋制)、川芎、延胡索等 12 味中药组方,具有活血化瘀及解毒消肿功效,临床主要用于慢性盆腔炎的治疗^[1]。其组方药材种类较多,化学成分复杂,目前相关研究多集中于联合用药^[2]和单一成分的含量测定^[3-6],尚未对制剂质量进行全面研究。中药制剂处方中药材产地、采收时间、生产年限等不同会造成不同生产企业的同一中药制剂质量差异大^[7-9]。仅依靠含量测定难以全面评价质量,而中药指纹图谱能反映中药制剂的整体特性^[10],可控制其整体质量,保证其内部品质的一致性和稳定性^[11]。本研究建立宫炎康颗粒高效液相色谱(HPLC)指纹图谱,为该制剂质量控制提供依据。现报道如下。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

Agilent 1260 型高效液相色谱仪(美国 Agilent 公司); MS205DU 型电子天平(精度为 0.01 mg)、ME204E/02 型电子分析天平(精度为 0.1 mg),均购自瑞士 Mettler-Toledo 公司; KH-250DB 型超声波清洗仪(昆山禾创超声仪器有限公司)。

1.2 试剂

宫炎康颗粒(共 24 批,来自 11 个企业,代号 A-K,相关信息见表 1);对照品阿魏酸(批号为 110773-201915,含量 99.4%),芍药苷(批号为 110736-202246,含量 98.1%),绿原酸(批号为 110753-202119,含量 96.3%),咖啡酸(批号为 110885-201703,含量 99.7%),菊苣酸(批号为 111752-202105,含量 98.3%),迷迭香酸(批号为 111871-202408,含量 99.6%),盐酸巴马汀(批号为 110732-201913,含量 85.7%),藁本内酯(批号为 111737-202311,供含测用),对照药材柴胡(批号为 120992-201509),赤芍(批号为 121093-201804),延胡索(批号为 120928-202110),红花(批号为 120907-201713),当归(批号为 120927-202118),车前子(批号为 121628-201702),川芎(批号为 120918-201612),香附(批号为 121059-201808),均购自中国食品药品检定研究院;对照药材北败酱(成都乐美天医药科技有限公司,批号为 DST230328-221);对照药材泽兰(上海源叶生物科技有限公司,批号为 B27623);乙腈为色谱纯,

表 1 样品信息

Tab. 1 Sample information

编号	企业	批号	规格	编号	企业	批号	规格
S1	A	230302	5 g/袋×8 袋/盒	S13	E	230401	9 g/袋×12 袋/盒
S2	A	230101	5 g/袋×8 袋/盒	S14	F	0070039	9 g/袋×8 袋/盒
S3	B	230303	9 g/袋×8 袋/盒	S15	F	0071001	9 g/袋×8 袋/盒
S4	B	231002	9 g/袋×8 袋/盒	S16	G	220901	9 g/袋×10 袋/盒
S5	C	230401	9 g/袋×12 袋/盒	S17	G	221102	9 g/袋×10 袋/盒
S6	C	221101	9 g/袋×12 袋/盒	S18	H	230901	9 g/袋×10 袋/盒
S7	C	221001	9 g/袋×12 袋/盒	S19	H	220401	9 g/袋×10 袋/盒
S8	D	220801	9 g/袋×12 袋/盒	S20	I	221019	9 g/袋×6 袋/盒
S9	D	230306	9 g/袋×12 袋/盒	S21	I	221148	9 g/袋×6 袋/盒
S10	D	230303	9 g/袋×12 袋/盒	S22	J	231101	9 g/袋×8 袋/盒
S11	E	220101	9 g/袋×12 袋/盒	S23	J	220201	9 g/袋×8 袋/盒
S12	E	210302	9 g/袋×12 袋/盒	S24	K	230101	9 g/袋×6 袋/盒

其余试剂均为分析纯,水为纯化水。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱 Agilent 5TC-C₁₈ 柱(250 mm×4.6 mm, 5.0 μm); 流动相:乙腈(A)-0.1% 甲酸溶液(含 0.1% 三乙胺, B),梯度洗脱(0~5 min 时 5%A, 5~10 min 时 5%A→11%A, 10~20 min 时 11%A, 20~25 min 时 11%A→15%A, 25~100 min 时 15%A→80%A, 100~105 min 时 80%A→5%A, 105~115 min, 5%A); 流速:1 mL/min; 检测波长:328 nm(0~30 min, 33.01~115 min)、240 nm(30.01~33 min); 柱温:30℃; 进样量:10 μL。

2.2 溶液制备

对照品溶液:分别取菊苣酸、芍药苷、绿原酸、阿魏酸、咖啡酸、迷迭香酸、盐酸巴马汀对照品各适量,精密称定,分别用 50% 甲醇溶解,制成每 1 mL 约含 25 μg 的单一对照品溶液,经 0.22 μm 微孔滤膜滤过,取续滤液,即得。

对照药材溶液:取北败酱、当归、川芎、赤芍、柴胡、车前子、红花、延胡索、香附、泽兰对照药材各 0.5 g,分别置具塞锥形瓶中,精密加入 50% 甲醇 50 mL,称定质量,超声(功率 100 W、频率 50 Hz,下同)处理 40 min,放冷至室温,用 50% 甲醇补足减失质量,滤过,取续滤液,即得。

供试品溶液:取样品适量,研细,取约 3 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入 50% 甲醇 50 mL,称定质量,超声处理 40 min,放冷至室温,用 50% 甲醇补足减失的质量,滤过,取续滤液,即得。

2.3 指纹图谱研究

2.3.1 方法学考察

精密度试验:取供试品(批号为230302)溶液适量,按2.1项下色谱条件连续进样测定6次,记录色谱图,以芍药苷(峰10)为参照峰,计算各共有峰相对保留时间和相对峰面积。结果的RSD分别小于0.06%,1.90%~5.09%,表明仪器精密度良好。

稳定性试验:取供试品(批号为230302)溶液适量,分别于室温放置0,2,4,6,8,10,12,24 h,按2.1项下色谱条件进样测定,记录色谱图,以芍药苷(峰10)为参照峰,计算各共有峰相对保留时间和相对峰面积。结果的RSD分别小于0.07%,1.78%~4.76%,表明供试品溶液室温放置24 h内基本稳定。

重复性试验:取样品(批号为230302)适量,按2.2项

下方法平行制备供试品溶液6份,精密吸取10 μ L,按2.1项下色谱条件进样测定,记录色谱图,以芍药苷(峰10)为参照峰,计算各共有峰相对保留时间和相对峰面积。结果的RSD分别小于0.05%,1.79%~3.76%,表明方法重复性良好。

2.3.2 指纹图谱建立及相似度评价

指纹图谱建立:取24批样品,分别按2.2项下方法制备供试品溶液,精密吸取10 μ L,按2.1项下色谱条件进样测定,记录色谱图,导入中药色谱指纹图谱相似度评价系统(2012版),以编号S1样品色谱图为参照,采用平均数法,设置时间窗为0.1 min,以多点校正法对色谱峰进行Mark峰匹配,得HPLC叠加指纹图谱(见图1)和对照图谱(见图2),共标定19个共有峰。

相似度评价:将24批样品指纹图谱与对照指纹图

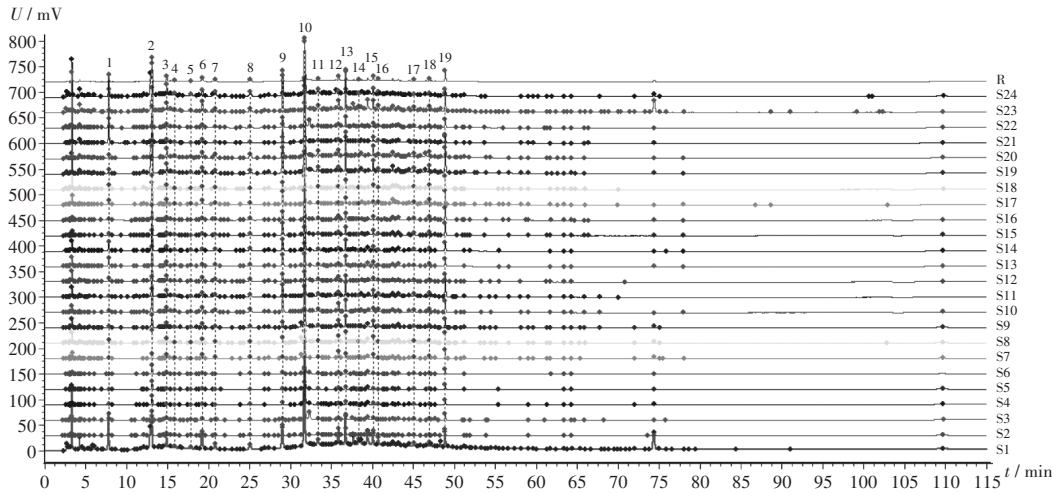


图1 高效液相色谱叠加指纹图谱

Fig. 1 HPLC superimposed fingerprint chromatograms

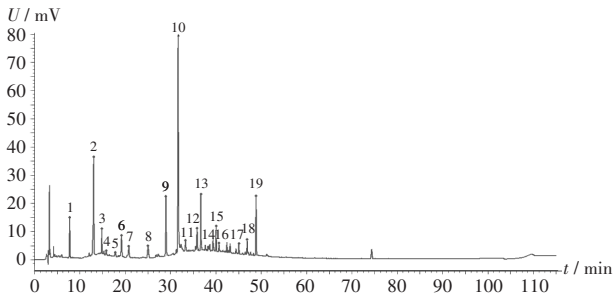


图2 高效液相色谱对照指纹图谱

Fig. 2 HPLC reference fingerprint chromatograms

谱进行比较,计算相似度,结果24批样品的相似度在0.908~0.990,表明相似度良好,质量稳定。详见表2。

共有峰指认及归属:将对照指纹图谱与对照品图谱(见图3)进行比对,共指认出7种成分,分别为绿原酸(峰6)、咖啡酸(峰8)、菊苣酸(峰9)、芍药苷(峰10)、阿魏酸(峰12)、迷迭香酸(峰15)、盐酸巴马汀(峰18)。详见图3。将对照指纹图谱与对照药材图谱(见图4)进行

表2 相似度评价结果

Tab. 2 Similarity evaluation results

编号	相似度	编号	相似度	编号	相似度
S1	0.971	S9	0.986	S17	0.982
S2	0.908	S10	0.937	S18	0.990
S3	0.946	S11	0.927	S19	0.983
S4	0.943	S12	0.988	S20	0.980
S5	0.934	S13	0.964	S21	0.944
S6	0.949	S14	0.965	S22	0.972
S7	0.947	S15	0.989	S23	0.981
S8	0.988	S16	0.980	S24	0.974

比对,可见峰10归属于赤芍,峰6、峰12归属于当归、川芎,峰15归属于泽兰、北败酱、香附,峰13归属于北败酱、泽兰,峰2—9,11,14归属于北败酱,峰17—19归属于延胡索。

3 讨论

预试验中考察了水、50%甲醇、甲醇作为溶剂时对

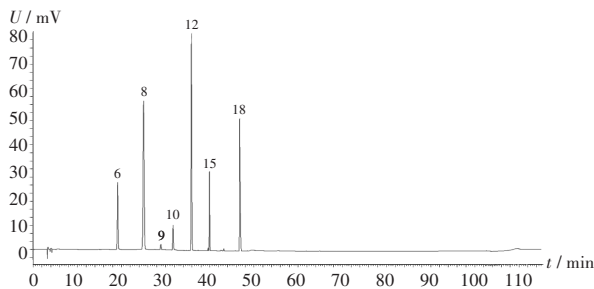


图3 对照品高效液相色谱图

Fig. 3 HPLC chromatogram of the reference

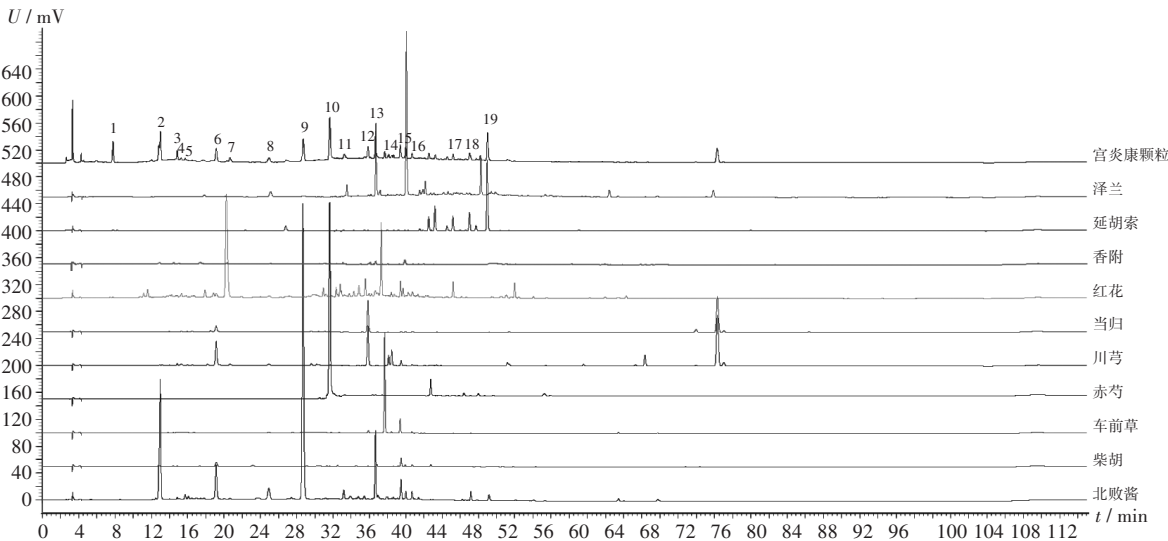


图4 对照药材高效液相色谱图

Fig. 4 HPLC chromatograms of the reference medicinal materials

应适中,峰形良好,故将其色谱峰作为参照峰。

本研究结果显示,24批样品色谱峰相似度均大于0.9,表明不同企业的多批次样品化学成分整体一致性较好,原料质量较可靠。24批样品共有峰的峰面积响应值有一定差异,这可能与原料药材采收季节不同或不同企业原料药材来源不一致有关。需要注意的是,藁本内酯是当归、川芎等中药的主要化学成分^[12-13],指纹图谱中发现部分批次样品未检测出藁本内酯峰,可能与不同企业生产工艺有差异或少投料、不投料、掺伪投料等因素有关,有必要对其重点监控。

综上所述,所建立的HPLC指纹图谱方法简便、可靠、重复性好,可用于宫炎康颗粒的质量控制。

参考文献

[1] 张璐. 宫炎康颗粒联合甲硝唑治疗慢性盆腔炎的临床研究[J]. 现代药物与临床, 2018, 33(6): 1440 - 1443.
[2] 杨学军, 胡玉菊, 李淑娟. 宫炎康颗粒联用左氧氟沙星与奥硝唑治疗PID后遗症效果及对炎症因子、血液流变学影响[J]. 中国计划生育学杂志, 2019, 27(10): 1373 - 1376.
[3] 廖九明, 廖厚知, 陈晓军, 等. HPLC法测定宫炎康颗粒中芍药苷的含量[J]. 广州化工, 2014, 42(17): 124 - 126.
[4] 耿小秀, 高海. 宫炎康颗粒质量标准的研究[J]. 西北药

学杂志, 2008, 23(5): 296 - 298.
[5] 窦金凤. HPLC法测定宫炎康胶囊中阿魏酸的含量[J]. 药学研究, 2014, 33(4): 206 - 207.
[6] 曹欢, 袁杨, 林林, 等. 基于延胡索投料情况研究宫炎康颗粒质量现状[J]. 中成药, 2020, 42(6): 1592 - 1595.
[7] 聂黎行, 吴炎培, 刘静, 等. 中成药质量标准研究有关问题思考[J]. 药学学报, 2023, 58(8): 2260 - 2270.
[8] 魏锋, 程显隆, 荆文光, 等. 中药材及饮片质量标准研究有关问题思考[J]. 中国药学杂志, 2022, 57(18): 1493 - 1503.
[9] 曾丽华, 伍振峰, 王芳, 等. 中药制剂质量均一性的现状问题及保证策略研究[J]. 中国中药杂志, 2017, 42(19): 3826 - 3830.
[10] 鄢海燕, 邹纯才. 《中国药典》(2010年版~2020年版)中药指纹(特征)图谱应用进展与展望[J]. 南方医科大学学报, 2022, 42(1): 150 - 155.
[11] 连益纯, 林静, 李知瑾, 等. HPLC特征图谱技术在中药制剂质量控制中的应用进展[J]. 海峡药学, 2024, 36(2): 1 - 5.
[12] 王志旺, 任远, 王永辉, 等. 当归与川芎中藁本内酯含量影响因素的研究进展[J]. 甘肃中医学院学报, 2012, 29(4): 75 - 77.
[13] 李曦, 张丽宏, 吕光华, 等. 不同产地“当归类”药材中藁本内酯含量比较[J]. 中国中药杂志, 2013, 38(17): 2838 - 2843.

(收稿日期: 2024 - 07 - 22; 修回日期: 2025 - 03 - 17)