

- 学模式识别的黄蛭益肾胶囊质量控制[J]. 药物评价研究, 2021, 44(5): 956-963.
- [18] 黄燕, 余淑贞, 于小华, 等. 龙胆苦苷对CCl₄诱导的肝纤维化模型大鼠保护作用及机制研究[J]. 江西医药, 2022, 57(8): 834-837.
- [19] Gong J T, Yang F, Yang Q L, *et al.* Sweroside ameliorated carbon tetrachloride (CCl₄)-induced liver fibrosis through FXR-miR-29a signaling pathway[J]. *J Nat Med*, 2020, 74(1): 17-25.
- [20] 杨晓泉, 夏从龙. “蒂达”龙胆科基原植物山酮类成分及其DNA条形码的研究进展[J]. 中成药, 2017, 39(1): 160-165.
- [21] 林贺, 滕厚雷, 吴巍, 等. 芒果苷钙盐对2型糖尿病合并非酒精性脂肪肝大鼠的影响[J]. 中国临床药理学杂志, 2018, 34(13): 1543-1546.
- [22] 徐建, 柳晓娟, 吕庆芝, 等. 芒果苷预处理对急性肝衰竭小鼠的保护作用[J]. 新乡医学院学报, 2020, 37(4): 327-331.
- [23] 陈永欣, 卢春远, 吕淑娟, 等. 满天星异荭草苷对CCl₄致肝纤维化大鼠NF-κB信号通路的影响[J]. 中药材, 2016, 39(10): 2318-2323.
- [24] 聂金兰, 黄权芳, 谭实美, 等. 满天星异荭草苷对人肝癌HepG2细胞增殖和凋亡的调控作用机制[J]. 中国药理学与毒理学杂志, 2016, 30(9): 928-934.

壮医匹绸方藤饮颗粒 HPLC 指纹图谱建立及 5 种成分含量测定

钟朝敏, 杨馨, 李兵*

(广西中医药大学药学院, 广西南宁 530200)

摘要: 目的 建立壮医匹绸方藤饮颗粒 HPLC 指纹图谱, 并采用一测多评法测定 4, 5-二-O-咖啡酰奎宁酸、5-羟甲基糠醛、绿原酸、隐绿原酸、东莨菪苷的含量。方法 分析采用 Ultimate LP-C₁₈ 色谱柱 (4.6 mm×250 mm, 5 μm); 流动相甲醇-0.1% 磷酸, 梯度洗脱; 体积流量 0.8 mL/min; 柱温 30 °C; 检测波长 300 nm。再进行聚类分析、主成分分析和正交偏最小二乘法判别分析。以 4, 5-二-O-咖啡酰奎宁酸为内标, 计算其他 4 种成分相对校正因子, 测定其含量。结果 15 批样品指纹图谱中有 20 个共有峰, 相似度 0.974~1.000。5 种成分在各自范围内线性关系良好 ($r \geq 0.9995$), 平均加样回收率 98.36%~100.36%, RSD 0.73%~2.08%, 一测多评法所得结果与外标法接近。各批样品聚为 3 类, 4 个主成分累积方差贡献率为 94.076%, 11 号峰、1 号峰、2 号峰 (5-羟甲基糠醛)、6 号峰为质量标志物。

结论 该方法准确可靠, 简便快速, 经济适用性良好, 可为壮医匹绸方藤饮颗粒质量控制提供新的方法和思路。

关键词: 壮医匹绸方藤饮颗粒; HPLC 指纹图谱; 化学成分; 含量测定; 一测多评; 聚类分析; 主成分分析; 正交偏最小二乘法判别分析

中图分类号: R927.2

文献标志码: A

文章编号: 1001-1528(2025)01-0021-07

doi:10.3969/j.issn.1001-1528.2025.01.004

Establishment of HPLC fingerprints and content determination of five constituents for Zhuangyi Pichoufang Tengyin Granules

ZHONG Chao-min, YANG Xin, LI Bing*

(College of Pharmacy, Guangxi University of Chinese Medicine, Nanning 530200, China)

KEY WORDS: Zhuangyi Pichoufang Tengyin Granules; HPLC fingerprints; chemical constituents; content determination; quantitative analysis of multi-components by single-marker (QAMS); cluster analysis; principal component analysis; orthogonal partial least squares discriminant analysis

收稿日期: 2024-01-05

基金项目: 广西高校壮医药基础与应用研究重点实验室课题 (zyfy202109); 广西壮族自治区卫生健康委员会壮医应用基础研究重点培育实验室项目 (广西中医药大学) (桂卫科教发 [2020] 17 号)

作者简介: 钟朝敏 (1997—), 女, 硕士生, 研究方向为化学成分及其质量控制。E-mail: 2652134228@qq.com

* 通信作者: 李兵 (1982—), 男, 硕士, 教授, 研究方向为化学成分及其质量控制。E-mail: gxl0910@163.com

壮医匹绸方藤饮是临床治疗盆腔炎性后遗症的验方,具有清热解毒、散瘀止痛、祛湿补虚功效,对妇科常见病慢性盆腔炎有显著效果^[1-3],该方药味众多,成分复杂,主要包括甾体、皂苷、萜类、酚酸、香豆素等^[4-7],并且方中各药材均表现出抗炎、抗菌活性^[8-11]。课题组前期将壮医匹绸方藤饮开发为颗粒剂,但目前尚无关于其质量控制的报道。

指纹图谱作为广泛应用的质量评价模式^[12],能全面反映中药所含化学信息,但主要集中于整体相似度评价,差异性不够突出;化学模式识别强调数据之间的差异性,可弥补指纹图谱的不足,两者结合加上一测多评法能更科学地反映中药制剂整体质量^[13-18]。因此,本实验建立壮医匹绸方藤饮颗粒 HPLC 指纹图谱,并采用一测多评法测定 4, 5-二-*O*-咖啡酰奎宁酸、5-羟甲基糠醛、绿原酸、隐绿原酸、东莨菪苷的含量,以期为该制剂整体质量评价提供依据。

1 材料

1.1 仪器 Waters e2695 高效液相色谱仪(美国 Waters 公司);SQP 电子天平[赛多利斯科学仪器(北京)有限公司];KH-600B 超声波清洗器(昆山禾创超声仪器有限公司);AJF-1001-B 纯水仪(重庆颐洋企业发展有限公司);Ultimate LP-C₁₈ 色谱柱(4.6 mm×250 mm, 5 μm)、中谱蓝 XR-C₁₈ 色谱柱(4.6 mm×250 mm, 5 μm)、Agilent ZORBAX SB-C₁₈ 色谱柱(4.6 mm×250 mm, 5 μm)。

1.2 试剂 绿原酸(批号 MUST-22070918,纯度 99.40%)、隐绿原酸(批号 MUST-21082610,纯度 99.88%)、东莨菪苷(批号 MUST-20111801,纯度 99.86%)对照品均购自成都曼斯特生物科技有限公司;5-羟甲基糠醛(批号 111626-201912,纯度 99.20%)、4, 5-二-*O*-咖啡酰奎宁酸(批号 111894-201102,纯度 99.10%)对照品均购自中国食品药品检定研究院。甲醇、乙腈均为色谱纯(美国赛默飞世尔科技公司)。

1.3 药物 15 批壮医匹绸方藤饮颗粒(批号 20211008~20211022,编号 S1~S15)及 1 批阴性颗粒(批号 20211008-Y)均为实验室自制,保存于广西中医药大学药学院中药化学教研室。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 Ultimate LP-C₁₈ 色谱柱(4.6 mm×250 mm, 5 μm);流动相甲醇(A)-0.1%磷酸(B),梯度洗脱(0~20 min, 5%~18%A; 20~40

min, 18%~28%A; 40~65 min, 28%~38%A; 65~90 min, 38%~43%A; 90~100 min, 43%~60%A; 100~120 min, 60%~80%A);体积流量 0.8 mL/min;柱温 30℃;检测波长 300 nm;进样量 20 μL。

2.2 溶液制备

2.2.1 对照品溶液 精密称取绿原酸、隐绿原酸、东莨菪苷、5-羟甲基糠醛、4, 5-二-*O*-咖啡酰奎宁酸对照品适量,70%甲醇溶解,制成质量浓度分别为 0.129 2、0.134 8、0.309 6、0.228 2、0.235 3 mg/mL 的溶液,0.22 μm 微孔滤膜过滤,即得。

2.2.2 供试品溶液 精密称取本品 2 g,置于具塞锥形瓶中,加入 10 mL 70%甲醇,称定质量,超声处理 40 min,冷却至室温,70%甲醇补足减失的质量,摇匀,0.22 μm 微孔滤膜过滤,即得。

2.2.3 阴性样品溶液 精密称取阴性颗粒 2 g,按“2.2.2”项下方法制备,即得。

2.2.4 空白溶液 选择 70%甲醇。

2.3 HPLC 指纹图谱建立

2.3.1 精密度试验 取本品(批号 20211019) 2 g,按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液,在“2.1”项色谱条件下进样测定 6 次,以 19 号峰(4, 5-二-*O*-咖啡酰奎宁酸)为参照,测得各共有峰相对保留时间、相对峰面积 RSD 均小于 3.0%,表明仪器精密度良好。

2.3.2 稳定性试验 取本品(批号 20211019) 2 g,按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液,于 0、3、6、12、18、24 h 在“2.1”项色谱条件下进样测定,以 19 号峰(4, 5-二-*O*-咖啡酰奎宁酸)为参照,测得各共有峰相对保留时间、相对峰面积 RSD 均小于 3.0%,表明溶液在 24 h 内稳定性良好。

2.3.3 重复性试验 取本品(批号 20211019) 2 g,共 6 份,按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液,在“2.1”项色谱条件下进样测定,以 19 号峰(4, 5-二-*O*-咖啡酰奎宁酸)为参照,测得各共有峰相对保留时间、相对峰面积 RSD 均小于 3.0%,表明该方法重复性良好。

2.3.4 图谱生成 取 15 批样品,按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液,在“2.1”项色谱条件下进样测定,将数据导入“中药色谱指纹图谱相似度软件评价系统”(2012 版),以 S1 为参照,采用中位数法,设定时间窗宽度为 0.1,结果见图 1,可知共有 20 个共有峰。

2.3.5 共有峰指认 与对照品比对后指认出 5 种

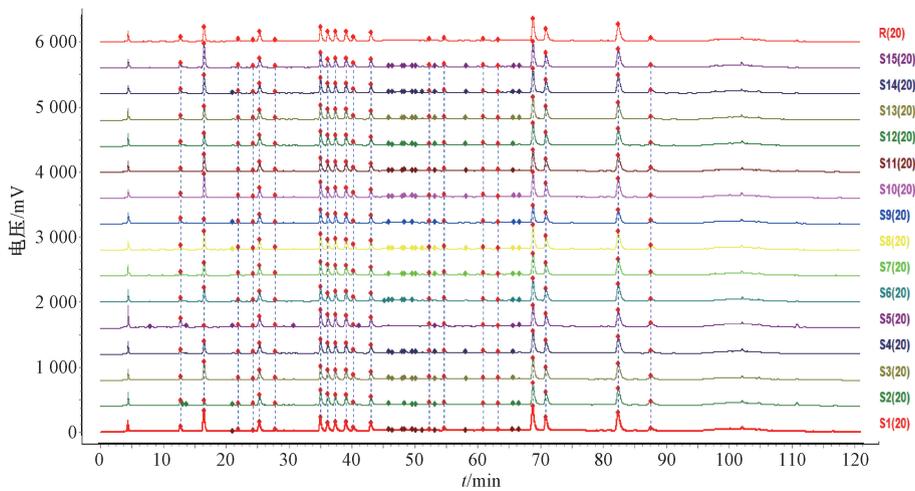


图1 15批壮医匹绸方藤饮颗粒 HPLC 指纹图谱

Fig. 1 HPLC fingerprints for 15 batches of Zhuangyi Pichoufang Tengyin Granules

成分, 分别为 5-羟甲基糠醛 (2 号峰)、东莨菪苷 (7 号峰)、绿原酸 (9 号峰)、隐绿原酸 (10 号峰)、4, 5-二-O-咖啡酰奎宁酸 (19 号峰), 其中 19 号峰为已知成分, 峰面积较高, 分离度较好, 出峰时间适宜, 故选择其作为参照, 见图 2。

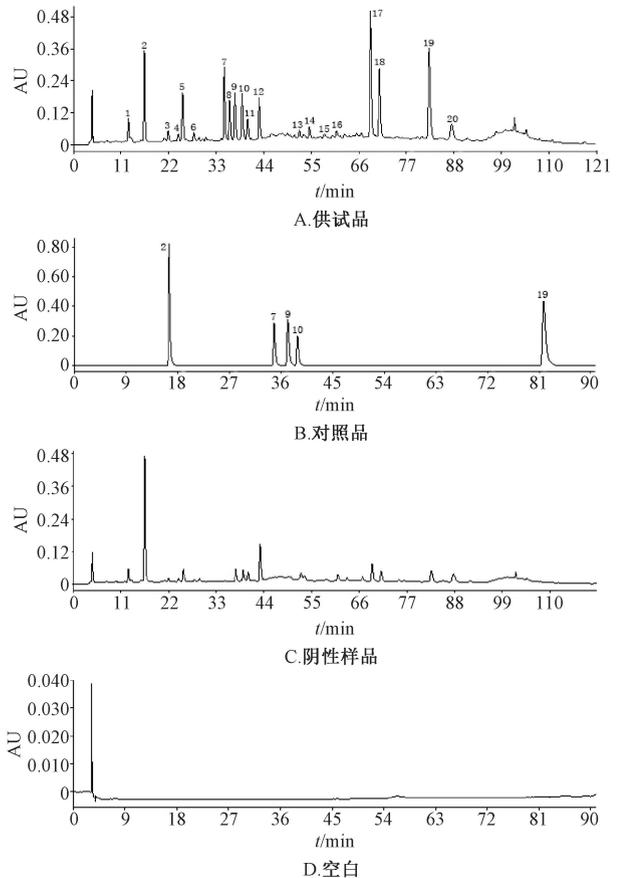
2.3.6 相似度评价 采用“中药色谱指纹图谱相似度软件评价系统”(2012 版)测定 15 批样品相似度, 结果分别为 0.990、0.988、0.994、1.000、0.974、0.998、0.999、0.996、0.990、0.983、0.998、0.989、0.989、0.990, 均大于 0.95, 表明不同批次样品成分组成相似。

2.4 化学计量学研究

2.4.1 聚类分析 采用 SPSS 24.0 软件, 以 20 个共有峰峰面积为变量, 平方欧氏距离为度量, 通过组间联接法进行聚类分析, 结果见图 3。由此可知, 平方欧氏距离为 15 时, 各批样品聚为 4 类, S10、S12 为一类, S2、S5、S15 为一类, S14、S7、S6 为一类, S1、S13、S4、S9、S8、S3、S11 为一类, 表明不同批次样品成分含量可能存在一定差异。

2.4.2 主成分分析 采用 SPSS24.0 软件, 以 20 个共有峰峰面积为变量, 对其标准化处理后进行主成分分析, 结果见表 1, 可知 4 个主成分累积方差贡献率为 94.076%, 表明四者具有一定代表性, 可最大程度地反映制剂质量。碎石图见图 4, 可知从主成分 5 开始存在 1 个明显拐点, 而其他主成分斜率较平缓, 表明提取前 4 个主成分较适宜。

2.4.3 正交偏最小二乘法判别分析 采用 SIMCA14.1 软件, 在主成分分析基础上进行正交



2. 5-羟甲基糠醛 7. 东莨菪苷 9. 绿原酸 10. 隐绿原酸
19 (S). 4, 5-二-O-咖啡酰奎宁酸
2. 5-hydroxymethylfurfural 7. scopolin 9. chlorogenic acid
10. cryptochlorogenic acid 19 (S). 4, 5-dicafeoylquinic acid

图2 各成分 HPLC 色谱图

Fig. 2 HPLC chromatograms of various constituents

偏最小二乘法判别分析, 发现解释率参数 R^2X 、 R^2Y 分别为 0.909、0.828, 预测能力参数 Q^2 为

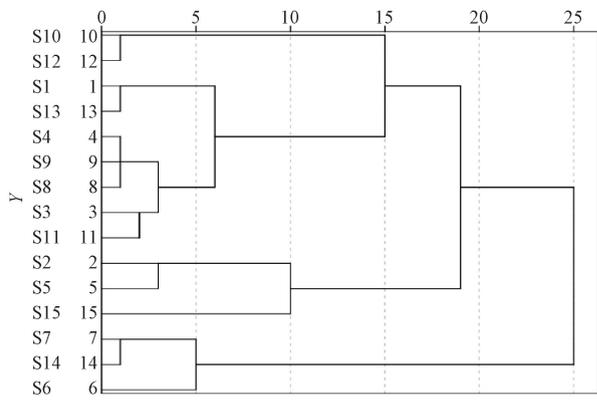


图3 聚类分析树状图

Fig. 3 Dendrogram of cluster analysis

表1 主成分特征值和方差贡献率

Tab. 1 Eigenvalues and variance contribution rates of principal components

主成分	特征值	方差贡献率/%	累积方差贡献率/%
1	12.530	62.650	62.650
2	3.763	18.815	81.465
3	1.438	7.192	88.657
4	1.084	5.419	94.076

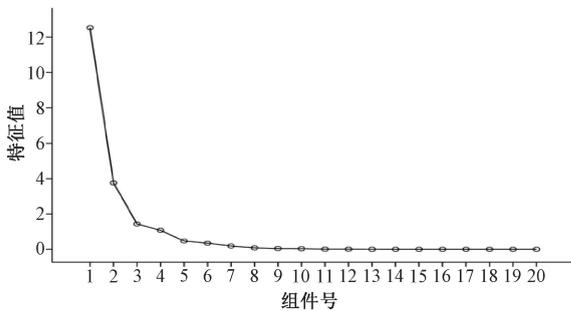


图4 主成分分析碎石图

Fig. 4 Scree plot for principal component analysis

0.327, 表明模型稳定可靠, 得分图见图5, 可知15批样品分为3类, S6、S7、S14为第1类, S5、S10、S12、S15为第2类, 其他批次为第3类, 并且可显著分离, 表明其差异较大; 变量重要性投影值(VIP值)^[19]见图6, 可知有4个VIP值>1.0的峰, 由大到小依次为11号峰(VIP=1.79)、1号峰(VIP=1.68)、2号峰(VIP=1.26)、6号峰(VIP=1.12), 可能是影响壮医匹绸方藤饮颗粒质量的标志性成分。

2.5 各成分含量测定 采用一测多评法。

2.5.1 对照品溶液制备 精密称取绿原酸、隐绿原酸、东莨菪苷、5-羟甲基糠醛、4,5-二-O-咖啡酰奎宁酸对照品适量, 70%甲醇溶解并稀释, 制成质量浓度分别为0.3867、0.5900、1.3400、

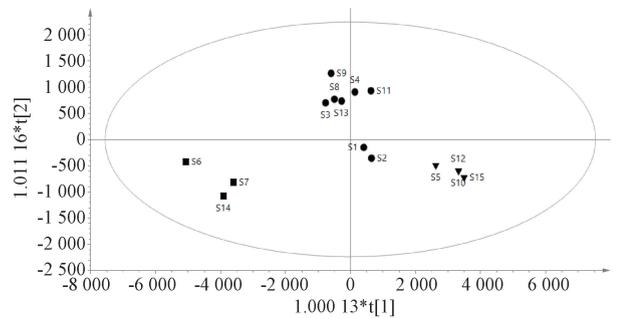


图5 正交偏最小二乘法判别分析得分图

Fig. 5 Score plot for orthogonal partial least squares discriminant analysis

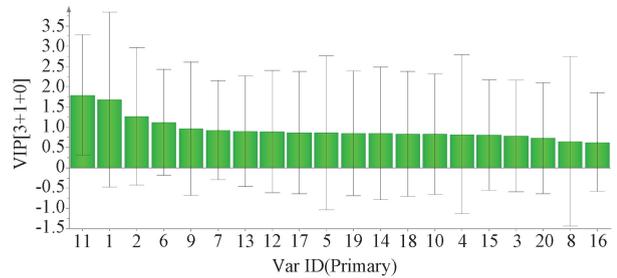


图6 正交偏最小二乘法判别分析VIP值

Fig. 6 VIP values for orthogonal partial least squares discriminant analysis

0.5072、0.8233 mg/mL的溶液, 0.22 μm微孔滤膜过滤, 即得。

2.5.2 供试品溶液制备 同“2.2.2”项。

2.5.3 线性关系考察 精密称取绿原酸、隐绿原酸、东莨菪苷、5-羟甲基糠醛、4,5-二-O-咖啡酰奎宁酸对照品适量, 70%甲醇溶解, 制成质量浓度分别为0.4043、0.5893、1.3681、0.6382、0.8406 mg/mL的溶液, 分别精密吸取2、4、6、8、10、12、14 μL, 在“2.1”项色谱条件下进样测定。以对照品进样量为横坐标(X), 峰面积为纵坐标(Y)进行回归, 结果见表2, 可知各成分在各自范围内线性关系良好。

表2 各成分线性关系

Tab. 2 Linear relationships of various constituents

成分	回归方程	r	线性范围/μg
5-羟甲基糠醛	$Y=4.0 \times 10^6 X + 106$	0.999 5	1.276 3~8.934 2
东莨菪苷	$Y=1.0 \times 10^6 X + 61 553$	0.999 9	2.736 2~19.153 1
绿原酸	$Y=3.0 \times 10^6 X - 25 724$	0.999 9	0.808 6~5.660 2
隐绿原酸	$Y=3.0 \times 10^6 X - 34 079$	0.999 9	1.178 6~8.250 2
4,5-二-O-咖啡酰奎宁酸	$Y=1.0 \times 10^6 X + 95 730$	0.999 8	1.681 2~11.768 3

2.5.4 精密度试验 精密吸取“2.2.1”项下对照品溶液适量, 在“2.1”项色谱条件下进样测定6次, 测得5-羟甲基糠醛、东莨菪苷、绿原酸、隐

绿原酸、4, 5-二-*O*-咖啡酰奎宁酸峰面积 RSD 分别为 0.63%、0.59%、0.82%、0.71%、1.31%，表明仪器精密度良好。

2.5.5 重复性试验 精密称取本品（批号 20211019）2 g，共 6 份，按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液，在“2.1”项色谱条件下进样测定，测得 5-羟甲基糠醛、东莨菪苷、绿原酸、隐绿原酸、4, 5-二-*O*-咖啡酰奎宁酸含量 RSD 分别为 1.79%、2.12%、2.20%、2.05%、1.19%，表明该方法重复性良好。

2.5.6 稳定性试验 精密称取本品（批号 20211019）2 g，按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液，于 0、3、6、12、18、24 h 在“2.1”项色谱条件下进样测定，测得 5-羟甲基糠醛、东莨菪苷、绿原酸、隐绿原酸、4, 5-二-*O*-咖啡酰奎宁酸峰面积 RSD 分别为 0.66%、0.44%、0.49%、0.61%、0.38%，表明溶液在 24 h 内稳定性良好。

2.5.7 加样回收率试验 精密称取各成分含量已知的本品（批号 20211019）1 g，共 6 份，精密加入 1.00 mL “2.5.1”项下对照品溶液，按“2.5.2”

项下方法制备供试品溶液，在“2.1”项色谱条件下进样测定，计算回收率。结果，5-羟甲基糠醛、东莨菪苷、绿原酸、隐绿原酸、4, 5-二-*O*-咖啡酰奎宁酸平均加样回收率分别为 98.98%、99.73%、100.36%、100.34%、98.36%，RSD 分别为 1.90%、1.14%、2.08%、1.42%、0.73%。

2.6 相对校正因子计算 精密吸取“2.2.1”项下对照品溶液适量，在“2.1”项色谱条件下进样测定，以 4, 5-二-*O*-咖啡酰奎宁酸为内标，采用多点校正法^[20-21]计算其他 4 种成分相对校正因子 $f_{k/s}$ ，公式为 $f_{k/s} = f_k / f_s = (C_k A_s) / (C_s A_k)$ ，其中 C_k 为其他成分含量， A_k 为其他成分峰面积， C_s 为内标含量， A_s 为内标峰面积。结果，5-羟甲基糠醛、东莨菪苷、绿原酸、隐绿原酸相对校正因子分别为 0.879 0、0.278 7、0.806 8、0.501 5。

2.7 耐用性试验 取“2.2.1”项下对照品溶液适量，在“2.1”项色谱条件下进样测定，分别考察不同仪器、色谱柱、柱温、体积流量对相对校正因子的影响，结果见表 3，可知均无明显影响（RSD<3.0%）。

表 3 耐用性试验结果

Tab. 3 Results for durability tests

仪器	色谱柱	相对校正因子(内标 4,5-二- <i>O</i> -咖啡酰奎宁酸)			
		5-羟甲基糠醛	东莨菪苷	绿原酸	隐绿原酸
岛津 LC-2030 Plus	中谱蓝 XR-C ₁₈	0.863 4	0.279 2	0.800 5	0.502 8
	Ultimate LP-C ₁₈	0.876 4	0.277 3	0.804 9	0.497 0
	Agilent ZORBAX SB-C ₁₈	0.861 9	0.267 4	0.784 5	0.487 6
Waters e2695	中谱蓝 XR-C ₁₈	0.861 4	0.277 2	0.800 9	0.489 8
	Ultimate LP-C ₁₈	0.872 7	0.276 7	0.800 3	0.492 1
	Agilent ZORBAX SB-C ₁₈	0.871 9	0.272 3	0.806 2	0.492 8
平均值	—	0.867 9	0.275 0	0.799 5	0.493 7
RSD/%	—	0.75	1.59	0.97	1.11
柱温/℃	相对校正因子(内标 4,5-二- <i>O</i> -咖啡酰奎宁酸)				
	5-羟甲基糠醛	东莨菪苷	绿原酸	隐绿原酸	
28	0.867 7	0.294 4	0.830 7	0.529 7	
29	0.874 2	0.302 8	0.846 5	0.527 2	
30	0.890 1	0.285 7	0.829 2	0.510 9	
31	0.846 5	0.284 9	0.806 2	0.496 6	
32	0.890 4	0.295 5	0.815 8	0.510 1	
平均值	0.873 8	0.292 7	0.825 7	0.514 9	
RSD/%	2.08	2.55	1.87	2.65	
体积流量/(mL·min ⁻¹)	相对校正因子(内标 4,5-二- <i>O</i> -咖啡酰奎宁酸)				
	5-羟甲基糠醛	东莨菪苷	绿原酸	隐绿原酸	
0.6	0.938 7	0.289 1	0.820 4	0.504 3	
0.7	0.933 7	0.288 8	0.820 5	0.505 8	
0.8	0.876 8	0.277 7	0.806 0	0.496 6	
0.9	0.909 3	0.282 1	0.798 7	0.494 2	
1.0	0.937 0	0.287 8	0.818 7	0.505 7	
平均值	0.919 1	0.285 1	0.812 9	0.501 3	
RSD/%	2.88	1.76	1.23	1.10	

2.8 色谱峰定位 以4,5-二-O-咖啡酰奎宁酸为内标,在“1.1”项仪器上、“2.1”项色谱条件下测定其他4种成分相对保留时间,结果见表4,可知均较稳定(RSD<3.0%),可用于色谱峰定位。

表4 不同仪器、色谱柱对相对保留时间的影响

Tab. 4 Effects of different instruments and columns on relative retention time

仪器	色谱柱	相对保留时间(内标4,5-二-O-咖啡酰奎宁酸)			
		5-羟甲基糠醛	东莨菪苷	绿原酸	隐绿原酸
岛津 LC-2030 Plus	中谱蓝 XR-C ₁₈	0.179 7	0.391 3	0.422 5	0.463 4
	Ultimate LP-C ₁₈	0.186 9	0.417 8	0.453 3	0.464 6
	Agilent ZORBAX SB-C ₁₈	0.177 8	0.412 7	0.441 2	0.461 0
Waters 2695	中谱蓝 XR-C ₁₈	0.187 8	0.404 3	0.438 9	0.480 9
	Ultimate LP-C ₁₈	0.183 4	0.416 8	0.452 2	0.474 5
	Agilent ZORBAX SB-C ₁₈	0.178 0	0.405 8	0.430 8	0.458 8
平均值	—	0.182 3	0.408 1	0.439 8	0.467 2
RSD/%	—	2.44	2.43	2.73	1.84

2.9 样品含量测定 取15批样品,按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液,在“2.1”项色谱条件下进样测定,分别采用外标法、一测多评法计算含量,再进行相关性分析,结果见表5。由此可知,2种方法所得结果接近,相关性显著,表明一测多评法准确可行。

表5 各成分含量测定结果(mg/g, n=3)

Tab. 5 Results for content determination of various constituents (mg/g, n=3)

编号	4,5-二-O-咖啡酰奎宁酸			5-羟甲基糠醛		东莨菪苷		绿原酸		隐绿原酸	
	外标法	外标法	一测多评法	外标法	一测多评法	外标法	一测多评法	外标法	一测多评法	外标法	一测多评法
S1	0.682 9	0.503 9	0.503 7	1.103 9	1.103 8	0.300 8	0.300 1	0.478 6	0.478 7		
S2	0.639 2	0.103 6	0.103 5	1.179 2	1.179 1	0.336 3	0.335 6	0.529 4	0.529 4		
S3	0.607 1	0.425 2	0.425 0	1.083 2	1.083 0	0.296 1	0.295 4	0.473 4	0.473 4		
S4	0.634 9	0.297 5	0.297 4	1.116 5	1.116 4	0.328 7	0.328 0	0.520 5	0.520 6		
S5	0.645 9	0.049 0	0.048 9	1.389 8	1.389 6	0.423 7	0.422 8	0.646 2	0.646 2		
S6	0.492 2	0.264 7	0.264 6	0.879 0	0.878 9	0.237 2	0.236 7	0.386 4	0.386 4		
S7	0.491 9	0.099 4	0.099 4	1.036 2	1.036 0	0.303 6	0.302 9	0.475 9	0.475 9		
S8	0.633 6	0.337 3	0.337 3	1.149 3	1.149 1	0.316 4	0.315 7	0.515 1	0.515 2		
S9	0.603 1	0.310 3	0.310 3	1.059 3	1.059 2	0.315 4	0.314 7	0.498 0	0.498 0		
S10	0.814 9	0.565 8	0.565 6	1.275 2	1.275 0	0.338 0	0.337 3	0.522 5	0.522 5		
S11	0.667 0	0.416 0	0.415 9	1.162 3	1.162 1	0.315 2	0.314 5	0.503 5	0.503 6		
S12	0.814 8	0.565 7	0.565 6	1.275 0	1.274 9	0.338 0	0.337 2	0.522 5	0.522 5		
S13	0.665 2	0.553 8	0.553 6	1.147 8	1.147 7	0.283 2	0.282 6	0.470 5	0.470 6		
S14	0.480 4	0.105 1	0.105 1	1.002 7	1.002 6	0.289 4	0.288 7	0.449 0	0.449 0		
S15	0.781 7	0.194 8	0.194 7	1.310 2	1.310 0	0.378 9	0.378 0	0.620 8	0.620 9		
平均值	0.643 6	0.319 5	0.319 4	1.144 6	1.144 5	0.320 0	0.319 3	0.507 5	0.507 5		
r	—	1.000		1.000		1.000		1.000			

3 讨论

聚类分析结果显示,15批壮医匹绸方藤饮颗粒聚为4类,表明不同批次样品质量存在差异,可能与制备时间、生产操作等因素有关。主成分分析结果显示,前4个主成分累积方差贡献率为94.076%,15批样品主要分为3类,S6、S7、S14

为第1类,S5、S10、S12、S15为第2类,其他产地为第3类,与聚类分析相比,S11、S12、S5、S15合为一类。正交偏最小二乘法判别分析结果显示,4个共有峰VIP值大于1,由大到小依次为11、1、2(5-羟甲基糠醛)、6号峰,可能是影响壮医匹绸方藤饮颗粒质量的标志性成分。另

外,一测多评法测定含量的结果与外标法的接近,但不同批次样品中各成分含量均有差异,可能与提取过程中浸膏质量不一、制备过程中药辅混合不够均匀等因素有关。

4 结论

本实验建立壮医匹绸方藤饮颗粒 HPLC 指纹图谱,并采用一测多评法测定 4, 5-二-O-咖啡酰奎宁酸、5-羟甲基糠醛、绿原酸、隐绿原酸、东莨菪苷的含量,该方法稳定可行,可为该制剂质量标准提升提供参考。

参考文献:

[1] 黄雪琼,王茜娜,杨美春,等. 壮医六方藤方治疗慢性盆腔炎临床疗效观察[J]. 中国民族医药杂志, 2017, 23(6): 5-7.

[2] 梁丹,韦露秋,方刚. 壮医六方藤方外洗治疗产后会阴切口水肿的临床观察[J]. 广西中医药大学学报, 2020, 23(2): 33-35.

[3] 曹知勇,陈静芹,方刚. 壮医六方藤方对慢性盆腔炎模型大鼠血清白介素-6、TLR 样受体 4 表达的影响[J]. 中国民间疗法, 2020, 28(22): 86-88.

[4] 李芷彤,梁惠娴,宋雪慧,等. 白鹤藤化学成分的研究[J]. 中成药, 2021, 43(12): 3382-3387.

[5] 姚瑰玮,陈湛娟,杨斯斯,等. 翅茎白粉藤化学成分鉴别预试研究[J]. 热带农业科学, 2017, 37(5): 83-85.

[6] 邓成杰,刘爽,徐晓云,等. 苏木化学成分及药理作用的研究进展[J]. 中国现代中药, 2020, 22(5): 810-826.

[7] 乔晓旭. 毛冬青化学成分的分离与鉴定[D]. 广州: 广州中医药大学, 2018.

[8] 杨冰峰,胥峰,李淑立,等. 黄精化学成分·生理功能及产业发展研究进展[J]. 安徽农业科学, 2021, 49(11): 8-12.

[9] Chen S C, Yang C S, Chen J J. Main bioactive components and their biological activities from natural and processed rhizomes of *Polygonum sibiricum*[J]. *Antioxidants (Basel)*, 2022,

11(7): 1383.

[10] 黄裕茵,赖正权,蔡雨峰,等. 鸡血藤化学成分及药理作用研究进展[J]. 按摩与康复医学, 2022, 13(5): 70-74; 80.

[11] 黄溥玮,卢健棋,林浩,等. 中药五指毛桃的化学成分、药理作用及临床应用研究进展[J]. 辽宁中医药大学学报, 2020, 22(12): 93-96.

[12] 叶梅芳,魏怡林,刘媛媛,等. 基于 HPLC 指纹图谱与多成分含量测定的凹叶景天正丁醇部位差异性研究[J]. 医药导报, 2023, 42(6): 904-911.

[13] 王凤丽,针涛,魏岚,等. 羚羊清肺丸 HPLC 指纹图谱建立及 6 种成分测定[J]. 中成药, 2023, 45(6): 1781-1787.

[14] 李绪翠,王舒欣,石宽. 基于 HPLC 指纹图谱结合化学计量学的巴东独活药材质量研究[J]. 中国药师, 2022, 25(6): 995-1000.

[15] 袁汉文,吕梦颖,罗江溢,等. 基于特征图谱和一测多评法的黄柏质量控制研究[J]. 中草药, 2022, 53(17): 5491-5496.

[16] 陈亮元,程轩轩,唐晓敏,等. 指纹图谱、模式识别结合一测多评法在广金钱草质量评价中的应用研究[J]. 中国中药杂志, 2018, 43(16): 3322-3328.

[17] 张靖年,胥爱丽,李养学,等. 不同基原的化橘红 UPLC 指纹图谱、化学模式识别及含量测定研究[J]. 中药新药与临床药理, 2023, 34(1): 103-109.

[18] 卢汝梅,张进燕,王肖,等. 龙骨风 HPLC 指纹图谱建立及 5 种成分测定[J]. 中成药, 2021, 43(7): 1788-1793.

[19] 姜红,史亚军,赵生玉,等. 基于偏最小二乘法对三果汤抗氧化作用谱-效关系的分析[J]. 中国实验方剂学杂志, 2018, 24(3): 8-12.

[20] 乔丽娅,胡风云,沈卓,等. 一测多评法同时测定两面针中 5 种成分[J]. 中成药, 2021, 43(7): 1794-1798.

[21] Zhao Y Y, Zhang J Y, Zheng K Y, et al. Chemical pattern recognition of *Atractylodes chinensis* from different producing areas and establishment of quantitative analysis of multi-components by single marker (QAMS) method for four components[J]. *China J Chin Mater Med*, 2022, 47(16): 4395-4402.