

经典名方益胃汤水煎液 UHPLC 指纹图谱研究

LC-400

摘要： 本文利用 Nexera XS 超高效液相色谱仪，建立了经典名方益胃汤水煎液的指纹图谱分析方法。对该分析方法进行了方法学考察，结果显示该方法的专属性和精密度良好。对 10 批益胃汤水煎液进行指纹图谱研究，共标定了 42 个共有峰。10 批益胃汤样品的指纹图谱与对照指纹图谱的相似度均 > 0.90。该法分离度好、可靠性高，可为益胃汤的质量标准建立及复方制剂开发提供参考依据。

关键词： 经典名方 益胃汤 指纹图谱 UHPLC

技术特点：

- ❖ 使用 C18-AQ 色谱柱，进一步优化色谱条件，有效提高了极性化合物的保留。
- ❖ 流动相体系简单，质谱兼容，有利于进行色谱峰的定性确认。

益胃汤出自清代吴瑭的《温病条辨》，由沙参三钱，麦冬五钱，冰糖一钱，生地黄五钱，玉竹一钱五分（炒香）组成，制法为水五杯，煮取二杯，分二次服，渣再煮一杯服。现代临床上用于治疗慢性胃炎、糖尿病、小儿厌食等证属胃阴亏损者。

2018 年，益胃汤被收录于国家中医药管理局发布的《古代经典名方目录（第一批）》。国家食品药品监督管理局在《古代经典名方中药复方制剂简化注册审批管理规定》中首次指出“经典名方物质基准”概念，是指以古代医籍中记载的古代经典名方制备方

法为依据制备而得的中药药用物质的标准，除成型工艺外，其余制备方法应当与古代医籍记载基本一致。因此，益胃汤的研究对其物质基准和复方制剂的研发很有意义。

中药指纹图谱检测方法及数据处理方法的提出，解决了很多中药及中药制剂质量控制遇到的困难，中药指纹图谱更是作为研究经典名方物质基准和复方制剂的关键指标。本文使用岛津超高效液相色谱仪对益胃汤指纹图谱进行超高效液相方法开发，以期对益胃汤的质量标准建立及复方制剂开发提供参考依据。

实验部分

1.1 仪器

本实验采用岛津 Nexera-XS 液相色谱仪系统。配置信息如下

系统控制器：	CBM-40	脱气机：	DGU-403
输液泵：	LC-40D XS ×2	柱温箱：	CTO-40S
自动进样器：	SIL-40C XS	检测器：	SPD-M40
色谱工作站：	Labsolutions Ver. 5.118		

1.2 分析条件

液相色谱条件

色谱柱：Shim-pack GIST-HP C18-AQ 150 mm×2.1 mm I.D., 1.9 μm, 岛津（上海）实验器材有限公司, P/N: 227-30807-03

流动相：A 相 -0.1% 甲酸水溶液；B 相 - 乙腈

进样体积：10 μL

柱温：30℃

流速：0.3 mL/min

检测波长：330 nm

洗脱方式：梯度洗脱，B 相起始浓度为 0%，时间程序如表 1 所示。

表 1 梯度洗脱时间程序

时间 (min)	单元	处理命令	值
1.00	泵	B Conc	2
10.00	泵	B Conc	2
30.00	泵	B Conc	15
45.00	泵	B Conc	30
55.00	泵	B Conc	95
60.00	泵	B Conc	95
61.00	泵	B Conc	0
80.00	控制器	Stop	

1.3 对照品溶液的制备

取毛蕊花糖苷对照品适量，精密称定，加水制成 20 μg/mL 的溶液，即得。

1.4 供试品溶液的制备

参照《古代经典名方目录（第一批）》，按古方剂量折合现代剂量一钱 3.73 g，进行样品制备。取生地黄 18.65 g，麦冬 18.65 g，北沙参 11.19 g，玉竹（炒香）5.60 g，冰糖 3.73 g，加水 1 L，浸泡 30 min，加热至沸腾，转为中火，保持沸腾 30 min，得煎液 400 mL，趁热过滤。

■ 结果与讨论

2.1 专属性及特征峰识别

取益胃汤样品（S1）供试品溶液、对照品溶液及水（空白溶剂）适量，按 1.2 项下色谱条件测定，见图 1。Rt=41.2 min 色谱峰为毛蕊花糖苷，空白溶剂无明显色谱峰，系统对益胃汤指纹图谱无干扰。

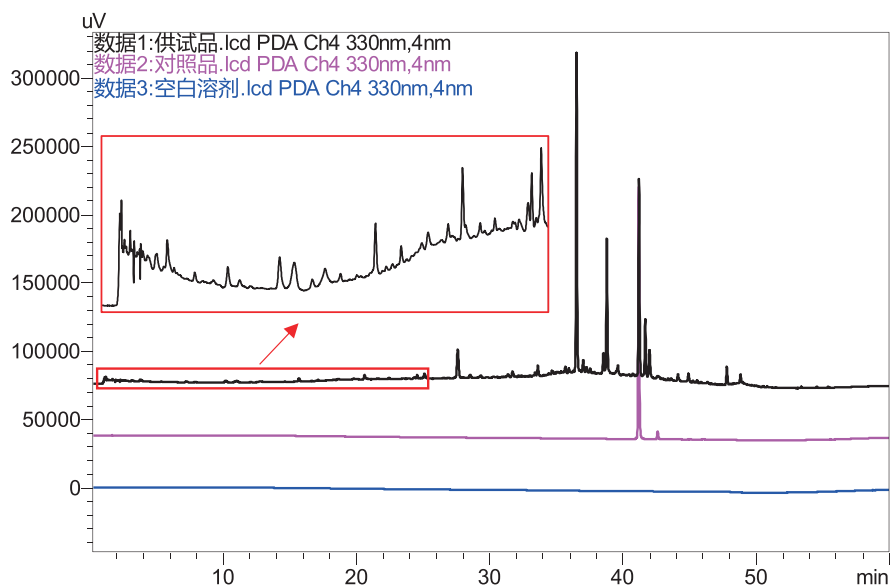


图 1 益胃汤水煎液的 UHPLC 专属性考察

2.2 指纹图谱

将 10 批益胃汤样品 (S1-S10) 的供试品溶液分别注入超高效液相色谱仪进行检测, 指纹图谱如图 2 所示。

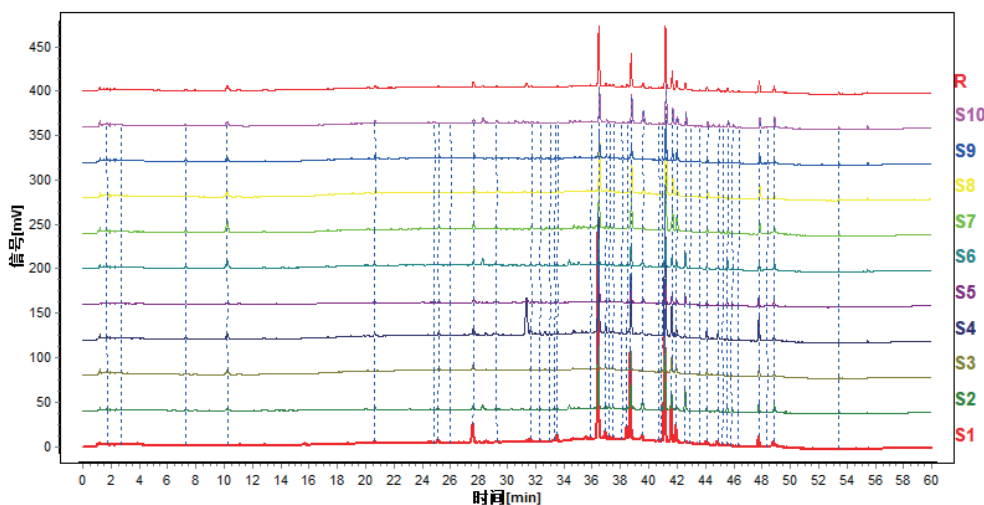


图 2 10 批益胃汤水煎液的 UHPLC 指纹图谱

采用“中药色谱指纹图谱相似度评价系统”(2012 版), 以样品 S1 为参照图谱, 采用中位数法, 时间窗宽度 0.1 min, 多点校正后进行全谱峰匹配, 标记出 42 个共有峰, 见图 2。相似度评价结果如图 3 所示, 10 批样品的相似度分别为 0.959、0.953、0.967、0.961、0.936、0.917、0.963、0.983、0.946 和 0.938, 均大于 0.900。

相似性计算结果:
文件(F)

	显示样本编号										
	S1	S2	S3	S4	S5	S6	S7	S8	S9	S10	对照指纹图谱
S1	1.000	0.893	0.898	0.912	0.861	0.819	0.891	0.935	0.845	0.858	0.959
S2	0.893	1.000	0.906	0.874	0.967	0.959	0.904	0.915	0.889	0.965	0.953
S3	0.898	0.906	1.000	0.917	0.901	0.890	0.978	0.962	0.970	0.907	0.967
S4	0.912	0.874	0.917	1.000	0.868	0.828	0.901	0.955	0.900	0.849	0.961
S5	0.861	0.967	0.901	0.868	1.000	0.938	0.900	0.884	0.892	0.956	0.936
S6	0.819	0.959	0.890	0.828	0.938	1.000	0.914	0.879	0.896	0.957	0.917
S7	0.891	0.904	0.978	0.901	0.900	0.914	1.000	0.950	0.970	0.921	0.963
S8	0.935	0.915	0.962	0.955	0.884	0.879	0.950	1.000	0.955	0.899	0.983
S9	0.845	0.889	0.970	0.900	0.892	0.896	0.970	0.955	1.000	0.905	0.946
S10	0.858	0.965	0.907	0.849	0.956	0.957	0.921	0.899	0.905	1.000	0.938
对照指纹图谱	0.959	0.953	0.967	0.961	0.936	0.917	0.963	0.983	0.946	0.938	1.000

图 3 10 批益胃汤水煎液指纹图谱的相似度

2.3 精密度

对益胃汤样品 (S1) 供试品溶液连续测定 6 次, 色谱图如图 4 所示。毛蕊花糖苷保留时间的 RSD 为 0.16%, 峰面积的 RSD 为 0.30%。以毛蕊花糖苷为参照峰, 记录各共有峰的相对保留时间和峰面积, 结果显示, 各共有峰相对保留时间的 RSD 均 < 1.0%, 峰面积的 RSD 均 < 5%, 表明仪器精密度良好。

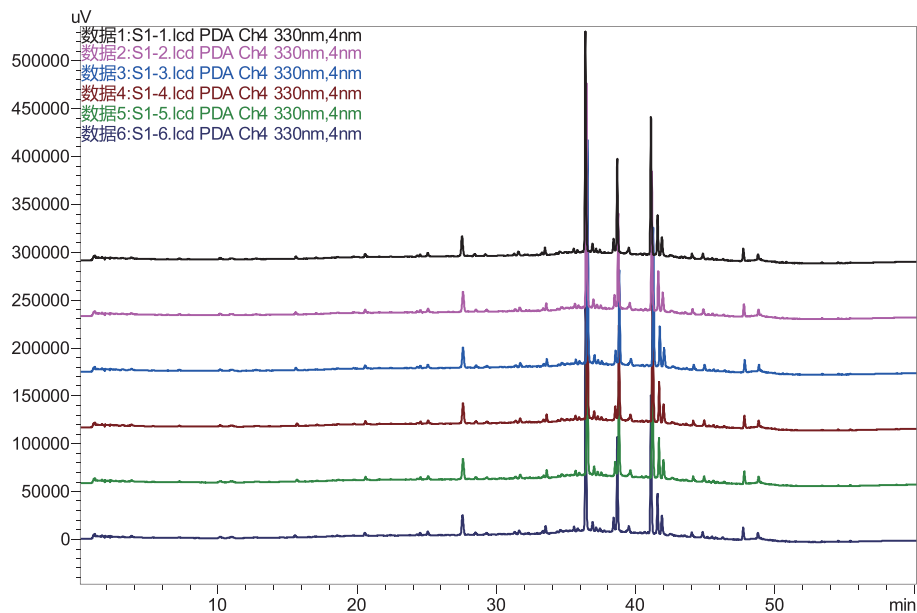


图4 精密度考察图谱

■ 结论

本文采用岛津 Nexera XS 超高效液相色谱仪，建立了经典名方益胃汤水煎液的指纹图谱分析方法。方法学考察及 10 批益胃汤水煎液的指纹图谱分析结果表明，建立的指纹图谱方法准确、可靠，为益胃汤的质量标准建立及复方制剂开发提供参考依据。

岛津应用云

