

# 合欢花药材特征图谱研究及超高效液相色谱串联四级杆飞行时间质谱定性分析

张玉\*, 顾芹英, 翟燕娟, 李松, 张云天<sup>#</sup>(江阴天江药业有限公司研究院, 江苏 江阴 214434)

中图分类号 R932 文献标志码 A 文章编号 1672-2124(2021)01-0053-07

DOI 10.14009/j.issn.1672-2124.2021.01.014

**摘要** 目的:建立合欢花药材的超高效液相色谱特征图谱,并基于超高效液相色谱串联四级杆飞行时间质谱技术快速鉴别合欢花中主要化学成分。方法:采用 CORTECS UPLC T3 色谱柱(Waters, 2.1 mm×100 mm, 1.6 μm),以 0.1%磷酸溶液-乙腈为流动相,柱温为 35 ℃,流速为 0.30 ml/min,梯度洗脱,检测波长为 220 nm,正负离子模式扫描。结果:合欢花药材特征图谱中共标示出 5 个共有峰,并经过质谱指认,各共有峰相对保留时间 *RSD* 均 <2%;定性分析共鉴定出 17 个化合物,其中游离氨基酸类 2 个、有机酸类 1 个、黄酮及苷类 12 个和三萜皂苷类 1 个。结论:该方法简便、快速、高效且准确,可为后期药材的质量控制和进一步阐明其药效物质基础提供科学依据。

**关键词** 合欢花;特征图谱;超高效液相色谱串联四级杆飞行时间质谱;药效物质基础;质量控制

## Study on Characteristic Chromatogram of Albizia Flower and its Qualitative Analysis by Ultra Performance Liquid Chromatography-Tandem Quadrupole-Time of Flight Mass Spectrometry

ZHANG Yu, GU Qinying, ZHAI Yanjuan, LI Song, ZHANG Yuntian (Research Institute, Jiangyin Tianjiang Pharmaceutical Co., Ltd., Jiangsu Jiangyin 214434, China)

**ABSTRACT** **OBJECTIVE:** To establish the characteristic chromatogram of ultra performance liquid chromatography (UPLC) of Albizia flower, and to rapidly identify its main chemical components based on ultra performance liquid chromatography-tandem quadrupole-time of flight mass spectrometry (UPLC-Q/TOF-MS). **METHODS:** CORTECS UPLC T3 chromatographic column (Waters, 2.1 mm×100 mm, 1.6 μm), using 0.1% phosphoric acid solution-acetonitrile as mobile phase, with the column temperature was 35 ℃, flow rate was 0.30 ml/min, gradient elution, detection wavelength was 220 nm, scanned in positive and negative ion mode. **RESULTS:** Totally 5 common peaks were marked in the characteristic chromatogram of Albizia flower, and the relative retention time *RSD* of each common peak was <2% after the identification of mass spectrometry; totally 17 compounds were identified by qualitative analysis, including 2 free amino acids, 1 organic acids, 12 flavonoids and glycosides, and 1 triterpene saponins. **CONCLUSIONS:** This method is simple, fast, efficient and accurate, which provides scientific basis for the quality control of later medicinal materials and further clarification of pharmacodynamic material basis.

**KEYWORDS** Albizia flower; Characteristic chromatograms; UPLC-Q/TOF-MS; Pharmacodynamic material basis; Quality control

合欢花为豆科植物合欢 *Albizia julibrissin* Durazz. 的干燥花絮或花蕾,我国的合欢花资源较为丰富,主产于河北省、河南省、陕西省、浙江省和江苏省等地;合欢花性平,味甘,归心、脾经,具有解郁安神之功效。文献报道<sup>[1-3]</sup>,其所含化学成分种类广泛,包括黄酮类、三萜及其皂苷类、生物碱类、有机酸、甾醇、木脂素和单宁类,其中对黄酮类和三萜及其皂苷类的研究最为广泛。目前,缺乏有关合欢花药材超高效液相色谱(ultra

performance liquid chromatography, UPLC)特征图谱和 UPLC 串联四级杆飞行时间质谱(UPLC-tandem quadrupole-time of flight mass spectrometry, UPLC-Q/TOF-MS)物质基础方面的研究<sup>[4]</sup>。现代研究结果表明,合欢花水煎液可改善抑郁模型小鼠的抑郁症状,可提高抑郁小鼠学习记忆能力,其所含的黄酮类物质可能是其发挥抗抑郁作用的物质基础,此外还有镇静催眠、抑菌、抗肥胖及调节脑内单胺类神经递质等作用<sup>[5-6]</sup>。

目前, UPLC-Q/TOF-MS 技术已成为复杂基质中多成分的有效、快速、准确的检测手段,相对于传统的高效液相色谱法, UPLC 的分离效果更好,分析速度更快,而 Q/TOF 分辨率高、灵敏度高,能够实现分子量的精确测定,非常适合复杂基质中

\* 执业中药师。研究方向:中药质量标准 and 物质基础研究。E-mail: 1552274127@qq.com

# 通信作者:副主任药师,博士。研究方向:天然产物化学与中药质量标准及药效物质基础研究。E-mail: 1552274127@qq.com

组分的检测定性<sup>[7-8]</sup>。查阅相关资料,暂时缺乏有关合欢花中化学成分液质联用技术研究。本研究开展了合欢花药材 UPLC 特征图谱研究并借助 UPLC-Q/TOF-MS 技术定性分析了合欢花药材中的化学成分,该操作简便、快速、准确,可为后续合欢花的质量控制、药效物质基础和体内药动学研究奠定基础 and 提供参考。

## 1 材料

### 1.1 仪器

Waters Acquity UPLC 型超高效液相色谱仪(Waters 公司);Empower 3 工作站(Waters 公司);安捷伦 1290 型超高效液相色谱仪(美国安捷伦公司);安捷伦 6530 四级杆串联飞行时间质谱仪,配有标准电喷雾离子源(美国安捷伦公司);MassHunter Data Acquisition 采集工作站,MassHunter Qualitative Analysis 分析工作站(美国安捷伦公司);十万分之一型和百万分之一型电子分析天平[梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司];KQ-250B 型超声清洗机(昆山市超声仪器有限公司);控温水浴锅(南通华泰实验仪器有限公司);纯水系统(Sartorius 公司);AS165 W 型离心机[亚速旺(上海)商贸有限公司]。

### 1.2 药品与试剂

乙腈(色谱纯,Thermo Fisher 公司);水为屈臣氏蒸馏水;磷酸(色谱纯,Aladdin 公司);甲酸(色谱级,Sigma 公司);金丝桃苷对照品、异槲皮苷对照品及槲皮苷对照品购自中国食品药品检定研究院,编号分别为 111521-201406、111809-201403 及 180109-02AB;L-色氨酸对照品、山奈酚-3-O- $\alpha$ -L-鼠李糖苷对照品购自上海诗丹德生物技术有限公司,编号分别为 6135、6455。合欢花药材由江阴天江药业有限公司提供,经江阴天江药业有限公司研究院唐波研究员鉴定为豆科植物合欢 *Albizia julibrissin* Durazz. 的干燥花絮或花蕾。

## 2 方法与结果

### 2.1 特征图谱

2.1.1 色谱条件:色谱柱为 CORTECS UPLC T3 柱(Waters, 2.1 mm $\times$ 100 mm,1.6  $\mu$ m),以 0.1%甲酸-水为流动相 A、以乙腈为流动相 B,柱温为 35  $^{\circ}$ C,流速为 0.30 ml/min,检测波长为 220 nm,进样量为 1  $\mu$ l。梯度洗脱条件如下:0~4 min(92% $\rightarrow$ 85%A),4~7 min(85% $\rightarrow$ 77%A),7~10 min(77% $\rightarrow$ 74%A),10~14 min(74% $\rightarrow$ 40%A),14~16 min(40%A),16~16.1 min(40% $\rightarrow$ 92%A)。

2.1.2 溶液的制备:(1)对照品溶液制备。取槲皮苷对照品适量,精密称定,置于棕色容量瓶中,加甲醇制成每 1 ml 含槲皮苷 50  $\mu$ g 的溶液,即得。取 L-色氨酸对照品适量,精密称定,置于棕色容量瓶中,加水制成含 10  $\mu$ g/ml 的溶液,即得。分别取金丝桃苷对照品、异槲皮苷对照品和山奈酚-3-O- $\alpha$ -L-鼠李糖苷对照品适量,精密称定,置于棕色容量瓶中,加 70%甲醇分别制成含 100.20 和 70  $\mu$ g/ml 的溶液,即得。(2)供试品溶液制备。取本品中粉约 0.2 g,精密称定,置于具塞锥形瓶中,精密加入 70%甲醇 25 ml,称定质量,超声 30 min,放冷,再称定质量,用 70%甲醇补足减失的质量,摇匀,滤过,取续滤液,

即得。

2.1.3 方法学考察:(1)精密度。取同一批号样品,按“2.1.2(2)”项下供试品溶液制备方法制成供试品溶液,连续进样 6 次,1 次 1  $\mu$ l,以槲皮苷所对应的峰为参照峰(S 峰),计算各共有峰的相对保留时间和相对峰面积。结果显示,各共有峰的相对保留时间的 RSD 为 0.29%~1.13%,各共有峰的相对峰面积的 RSD 为 0.03%~0.14%,RSD 均<2.0%,表明仪器精密度良好。(2)稳定性。取同一批号样品,按“2.1.2(2)”项下供试品溶液制备方法制成供试品溶液,每隔 2 h 进样 1 次,1 次 1  $\mu$ l,共测定 12 h,以槲皮苷所对应的峰为参照峰(S 峰),计算各共有峰的相对保留时间和相对峰面积。结果显示,各共有峰的相对保留时间的 RSD 为 0.04%~1.05%,各共有峰的相对峰面积的 RSD 为 0.42%~1.54%,RSD 均<2.0%,表明供试品溶液 12 h 内稳定性良好。(3)重复性。取同一批号样品,按“2.1.2(2)”项下供试品溶液制备方法分别制成 6 份供试品溶液,各进样 1 次,1 次 1  $\mu$ l,以槲皮苷所对应的峰为参照峰(S 峰),计算各共有峰的相对保留时间和相对峰面积。结果显示,各共有峰的相对保留时间的 RSD 为 0.20%~1.05%,各共有峰的相对峰面积的 RSD 为 0.05%~1.28%,RSD 均<2.0%,表明该方法重复性良好。

2.1.4 特征图谱建立和共有峰指认:(1)特征图谱建立。取 17 批各个产地合欢花药材适量,分别按照“2.1.2(2)”项下制成供试品溶液,按照“2.1.1”项下色谱条件进样分析,记录色谱图,采用《中药色谱指纹图谱相似度评价系统(2012 年版)》进行分析、比较,经多点校正和自动匹配后,生成对照特征图谱,以槲皮苷为参照峰(S 峰),共标定 5 个共有峰,建立合欢花药材 UPLC 特征图谱。其他 4 个峰的相对保留时间分别为 0.38、0.87、0.89 及 1.14,各共有峰的相对保留时间 RSD 为 0.06%~1.73%,RSD 均<2.0%,见图 1。(2)各共有峰的指认。取各对照品溶液、合欢花药材适量,按照“2.1.2(2)”项下制成供试品溶液,按照“2.1.1”项下色谱条件进样分析,结果峰 1、峰 2、峰 3、峰 4 及峰 5 分别为 L-色氨酸、金丝桃苷、异槲皮苷、槲皮苷及山奈酚-3-O- $\alpha$ -L-鼠李糖苷,见图 2。

### 2.2 液质联用定性分析

2.2.1 色谱条件:色谱柱为 CORTECS UPLC T3 柱(Waters, 2.1 mm $\times$ 100 mm,1.6  $\mu$ m),以 0.1%甲酸-水为流动相 A、以乙腈为流动相 B,柱温为 35  $^{\circ}$ C,流速为每 0.30 ml/min,进样量为 2  $\mu$ l。梯度洗脱条件如下:0~4 min(92% $\rightarrow$ 85%A),4~7 min(85% $\rightarrow$ 77%A),7~10 min(77% $\rightarrow$ 74%A),10~14 min(74% $\rightarrow$ 40%A),14~16 min(40%A),16~16.1 min(40% $\rightarrow$ 92%A)。

2.2.2 质谱条件:离子源为双喷 ESI 离子源,干燥气温度 300  $^{\circ}$ C,流量 8 L/min,雾化器压力 35 psi;负离子模式下毛细管电压 3 500 V,正离子模式下毛细管电压 4 000 V,毛细管出口电压 120 V,锥孔电压 65 V,碰撞能量 10 eV;采用高分辨模式进行数据采集,质荷比采集范围 m/z 100~3 000,采样速度 1 spectra/s,采样时间 1 000 ms/spectra;负离子采用 TFANH<sub>4</sub> (112.985 587) 和 HP-0921(1 033.988 109) 进行质量数实时校准,正离子采用嘌呤(121.050 873) 和 HP-0921(922.009 798)

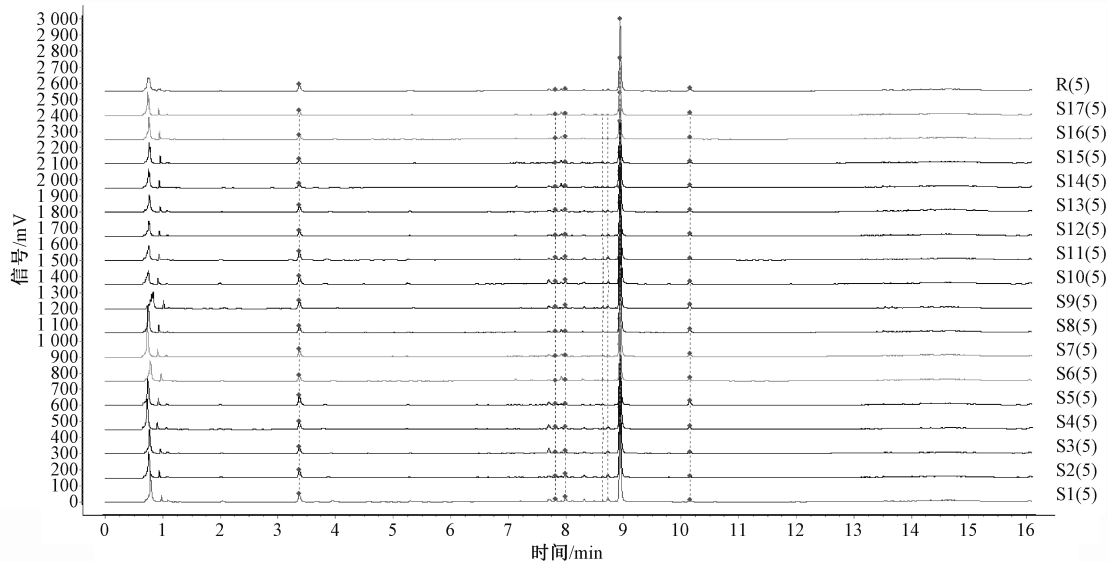
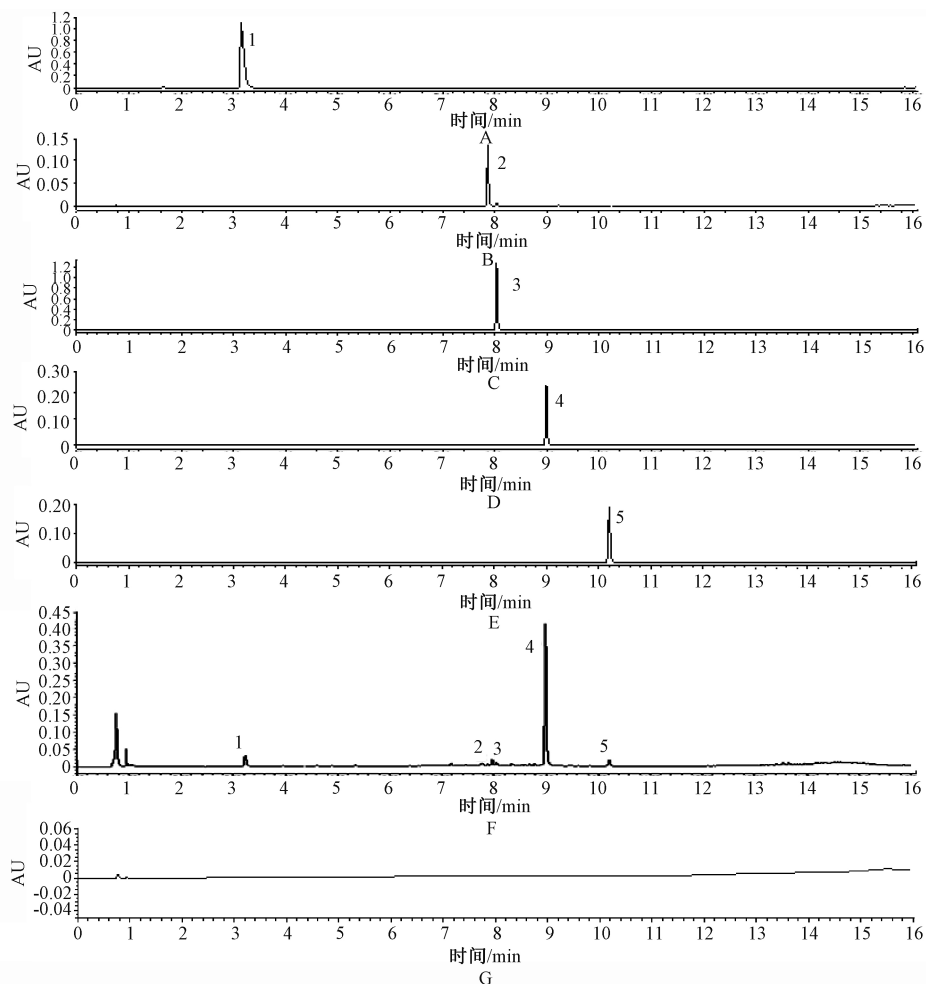


图 1 合欢花药材 UPLC 特征图谱

Fig 1 UPLC characteristic chromatograms of Albizia flower



A. L-色氨酸; B. 金丝桃苷; C. 异槲皮苷; D. 槲皮苷; E. 山奈酚-3-O- $\alpha$ -L-鼠李糖苷; F. 合欢花药材; G. 空白对照

A. *L*-tryptophan; B. hyperin; C. isoquercitrin; D. quercetin; E. kaempferol-3-O- $\alpha$ -L-rhamnoside; F. albizia flower; G. blank control

图 2 UPLC 色谱图

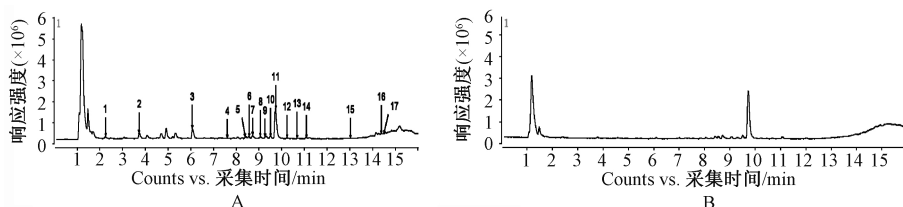
Fig 2 UPLC chromatograms

进行质量数实时校准,雾化压力 5 psi。

2.2.3 合欢花中化学成分数据库的建立:根据国内外文献有关合欢花中化学成分的研究报道,收集和整理合欢花中 30 个化学成分,采用安捷伦“formula-database generator”软件,计算

精确相对分子量,建立包括化合物名称、分子式、分子量和 CAS 号等在内的目标成分数据库。

2.2.4 样品的总离子流图(TIC):采用“2.2.1”“2.2.2”和“2.2.3”项下的优化条件,采集正负离子模式下的图谱,结果见图 3。



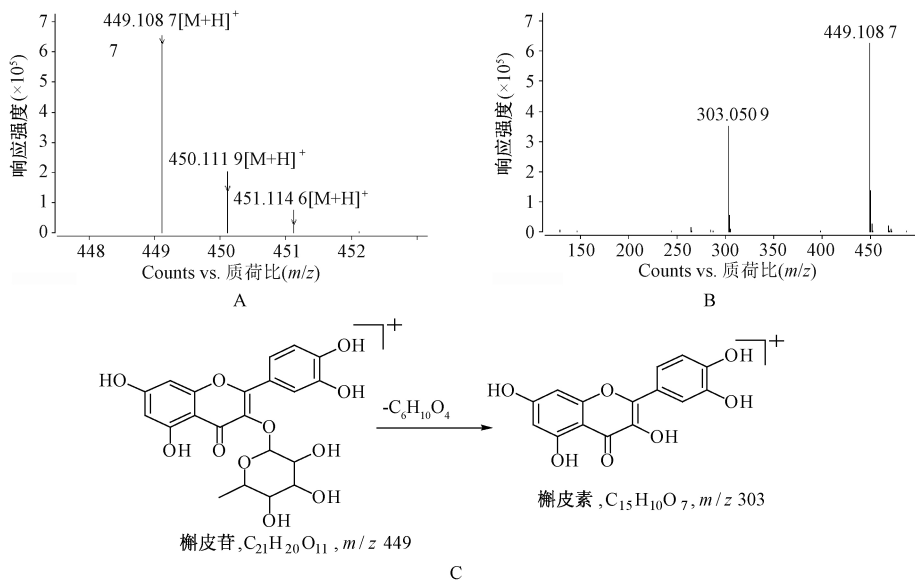
A. 样品 ESI<sup>+</sup>; B. 样品 ESI<sup>-</sup>  
A. ESI<sup>+</sup> sample; B. ESI<sup>-</sup> sample

图 3 正、负离子模式下样品的 TIC 图

Fig 3 TIC chromatograms of samples in positive and negative ion modes

2.2.5 化合物的鉴别过程:以峰 11 槲皮苷、峰 14 山奈酚-3-O- $\alpha$ -L-鼠李糖苷为例,说明合欢花中色谱峰的鉴别过程。峰 11 的保留时间为 9.73 min,  $m/z$  449.108 7 [M+H]<sup>+</sup> 为其准分子离子峰,利用 Qualitative Analysis 数据分析软件的 calculator 功能计算精确质量数的可能元素组成,设定误差 < 5 ppm, 并对比已建立的数据库中已知化合物的质荷比,确定元素组成为 C<sub>21</sub>H<sub>20</sub>O<sub>11</sub>。计算 C<sub>21</sub>H<sub>20</sub>O<sub>11</sub> 的同位素分布情况,与实际情况相

比对,同位素分布的理论值与实际值吻合良好,结合文献<sup>[9]</sup>推测该峰为槲皮苷,主要的二级特征性的碎片离子  $m/z$  303.050 9 为结构中苷键断裂丢失 1 个鼠李糖基 (C<sub>6</sub>H<sub>10</sub>O<sub>4</sub>) 而形成,见图 4。同理,依照上述鉴别过程,峰 14 的最终确定的元素组成均为 C<sub>20</sub>H<sub>20</sub>O<sub>10</sub>, 结合文献<sup>[10]</sup>报道推测为山奈酚-3-O- $\alpha$ -L-鼠李糖苷,主要的二级特征性的碎片离子  $m/z$  287.055 6 为结构中苷键断裂丢失 1 个鼠李糖基 (C<sub>6</sub>H<sub>10</sub>O<sub>4</sub>) 而形成,见图 5。



A. 峰 11 的精确质量及同位素图; B. 峰 11 的碎片质谱图; C. 峰 11 可能的裂解图示

A. accurate mass and isotopic map of peak 11; B. fragment mass spectrum of peak 11; C. possible splitting decomposition graph of peak 11

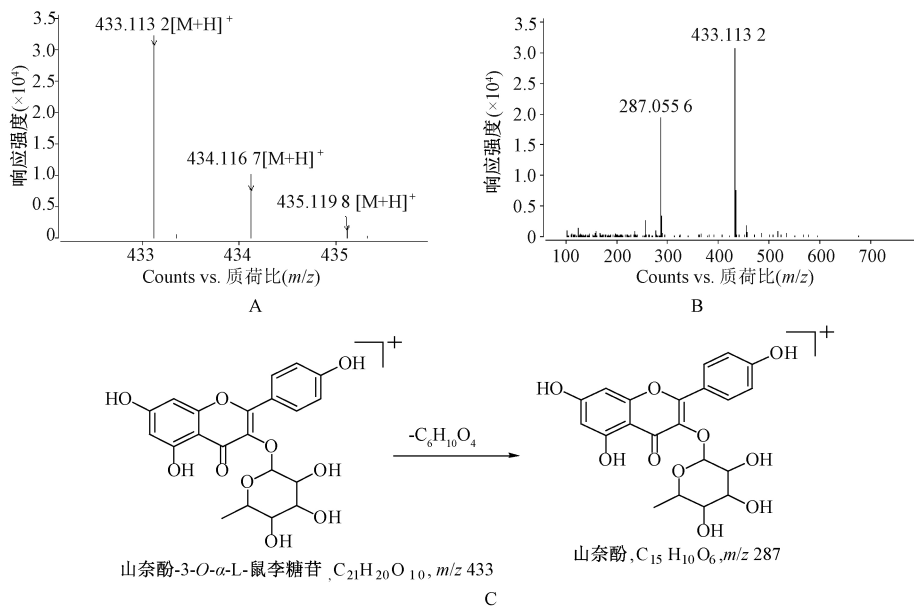
图 4 峰 11 的质谱图及可能的裂解图示

Fig 4 Mass spectrum and possible splitting decomposition graph of peak 11

2.2.6 鉴别结果:依据 Q-TOF-MS 测得的高分辨的精确分子量, 比对所建的数据库, 借助 Qualitative Analysis 离线分析软件计算分子式, 将理论值与实际值比对, 结合相关参考文献, 共鉴定出 17 个化合物, 其中游离氨基酸类 2 个, 有机酸类 1 个, 黄酮及苷类 12 个, 三萜皂苷类 1 个, 见表 1。

### 3 讨论

特征图谱实验考察了水、30% 甲醇、50% 甲醇、70% 甲醇、30% 乙醇及稀乙醇等不同的提取溶剂, 水提液的色谱峰较少, 结合各提取溶剂的特区峰形和提取效率, 选择 70% 甲醇作为提取溶剂。考察了超声提取、加热回流和振摇提取三种不同的



A. 峰 14 的精确质量及同位素图; B. 峰 14 的碎片质谱图; C. 峰 14 可能的裂解图示

A. accurate mass and isotopic map of peak 14; B. fragment mass spectra of peak 14; C. possible splitting decomposition graph of peak 14

图 5 峰 14 的质谱图及可能的裂解图示

Fig 5 Mass spectrum and possible splitting decomposition graph of peak 14

表 1 合欢花药材 UPLC-Q-TOF/MS 技术分析结果

Tab 1 Results of technique analysis of UPLC-Q/TOF-MS on Albizia flower

编号	保留时间/ min	正离子模式[M+H] <sup>+</sup>			主要特征碎片	分子式	名称	参考文献
		实测值	理论值	误差/ppm				
1	2.24	166.085 6	166.085 0	3.83	120.080 4[M+H-HCOOH] <sup>+</sup>	C <sub>9</sub> H <sub>11</sub> NO <sub>2</sub>	L-苯丙氨酸	[11]
2	3.73	205.097 1	205.096 3	0.41	188.070 6[M+H-NH <sub>3</sub> ] <sup>+</sup>	C <sub>11</sub> H <sub>12</sub> N <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	L-色氨酸	[11]
3	7.61	211.007 8	211.007 0	-2.81	192.998 3[M+H-H <sub>2</sub> O] <sup>+</sup>	C <sub>6</sub> H <sub>10</sub> O <sub>4</sub> S <sub>2</sub>	3,3'-二氢氧喹啉	[12]
4	8.40	611.161 4	611.159 1	-1.30	319.045 0[M+H-2C <sub>6</sub> H <sub>10</sub> O <sub>4</sub> ] <sup>+</sup>	C <sub>27</sub> H <sub>30</sub> O <sub>16</sub>	芦丁	[13]
5	8.55	465.103 0	465.101 2	-0.31	303.050 4[M+H-C <sub>6</sub> H <sub>10</sub> O <sub>5</sub> ] <sup>+</sup>	C <sub>21</sub> H <sub>20</sub> O <sub>12</sub>	金丝桃苷	[9]
6	8.72	465.103 1	465.101 3	-0.84	303.050 5[M+H-C <sub>6</sub> H <sub>10</sub> O <sub>5</sub> ] <sup>+</sup>	C <sub>21</sub> H <sub>20</sub> O <sub>12</sub>	异槲皮苷	[9]
7	9.07	435.091 5	435.089 8	1.85	303.048 8[M+H-C <sub>5</sub> H <sub>8</sub> O <sub>4</sub> ] <sup>+</sup>	C <sub>20</sub> H <sub>18</sub> O <sub>11</sub>	槲皮素-3-O-α-D-呋喃阿拉伯糖苷	[14]
8	9.26	435.090 9	435.089 2	2.34	303.049 2[M+H-C <sub>5</sub> H <sub>8</sub> O <sub>4</sub> ] <sup>+</sup>	C <sub>20</sub> H <sub>18</sub> O <sub>11</sub>	槲皮素-3-β-D-吡喃木糖苷	[14]
9	9.50	435.092 6	435.090 9	-0.67	303.050 6[M+H-C <sub>5</sub> H <sub>8</sub> O <sub>4</sub> ] <sup>+</sup>	C <sub>20</sub> H <sub>18</sub> O <sub>11</sub>	槲皮素-3-O-α-L-呋喃阿拉伯糖苷	[14]
10	9.73	449.108 7	449.107 0	-1.78	303.050 8[M+H-C <sub>6</sub> H <sub>10</sub> O <sub>4</sub> ] <sup>+</sup>	C <sub>21</sub> H <sub>20</sub> O <sub>11</sub>	槲皮苷	[9]
11	10.24	419.096 5	419.094 9	2.03	287.053 2[M+H-C <sub>5</sub> H <sub>8</sub> O <sub>4</sub> ] <sup>+</sup>	C <sub>20</sub> H <sub>18</sub> O <sub>10</sub>	山奈酚-3-O-阿拉伯糖苷	[14]
12	10.68	419.096 5	419.094 9	2.54	287.055 5[M+H-C <sub>5</sub> H <sub>8</sub> O <sub>4</sub> ] <sup>+</sup>	C <sub>20</sub> H <sub>18</sub> O <sub>10</sub>	山奈酚-3-O-α-L-阿拉伯呋喃糖苷	[14]
13	11.08	433.112 8	433.111 1	-0.18	287.055 1[M+H-C <sub>6</sub> H <sub>10</sub> O <sub>4</sub> ] <sup>+</sup>	C <sub>21</sub> H <sub>20</sub> O <sub>10</sub>	山奈酚-3-O-α-L-鼠李糖苷	[10]
14	13.04	303.050 0	303.048 8	1.08	285.039 1[M+H-H <sub>2</sub> O] <sup>+</sup>	C <sub>15</sub> H <sub>10</sub> O <sub>7</sub>	槲皮素	[14]
15	14.41	625.155 6	625.153 2	0.12	448.099 5[M+H-C <sub>10</sub> H <sub>9</sub> O <sub>3</sub> ] <sup>+</sup>	C <sub>31</sub> H <sub>28</sub> O <sub>14</sub>	3'-(E)-阿魏酰槲皮苷	[12]
16	14.47	952.526 7	952.523 1	0.60	482.186 3[M+H-C <sub>5</sub> H <sub>10</sub> O <sub>4</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>10</sub> O <sub>4</sub> -C <sub>5</sub> H <sub>8</sub> O <sub>4</sub> -CH <sub>3</sub> CONH] <sup>+</sup>	C <sub>49</sub> H <sub>77</sub> NO <sub>17</sub>	连翘苷 A3	[15]

提取方式,结果表明,提取方式的不同对合欢花的影响不大,采用超声处理时,合欢花的提取率微高于其他提取方式,综合考虑,采用超声处理作为最终的提取方式。同时考察了 15、30、45 和 60 min 四个不同提取时间,结果表明,各提取时间所得色谱峰的数目一致,超声提取 15、30 min 的提取率较高,为保证提取充分,最终选择超声提取时间为 30 min。对于流动相体系,考察了乙腈-水、乙腈-0.1% 磷酸、乙腈-0.1% 甲酸及乙腈-

0.1% 醋酸系统,发现乙腈-水系统基线漂移严重、色谱峰数目少,乙腈-0.1% 磷酸体系基线平稳、峰数目和容量高,故选取乙腈-0.1% 磷酸为流动相。

液质联用定性分析实验考察了 50% 甲醇、70% 甲醇、甲醇及水作为不同的提取溶剂,结果表明,70% 甲醇提取色谱峰容量高于其他提取溶剂。考察了超声提取、加热水浴回流提取两种方法,结果表明,超声提取简单易操作,且提取效率略高于水

浴回流。同时,考察了15、30、45和60 min四个不同提取时间,结果表明,30 min提取时间的峰强度和峰容量优于其他提取时间。对于流动相体系,考察了乙腈-水、甲醇-水及乙腈-0.1%甲酸系统,发现甲醇-水系统基线漂移严重,干扰大,加了0.1%甲酸的乙腈-水体系后,峰强度明显提高,峰数目和容量高于乙腈-水体系,故选取乙腈-0.1%甲酸为流动相。对于质谱条件中的碰撞能量(CE),考察了10、15和25 eV三种不同的能量,结果显示,10 eV下能够明显得观察准分子离子峰,符合电喷雾这类软电离质谱的温和的碰撞效果,大多数化合物在正离子模式下有较好的响应,故实验选取正离子模式进行最大限度的获取质谱信息。

合欢花在镇静催眠、抗抑郁、抗菌等方面有独特的药理活性<sup>[16-19]</sup>,相关的药材质量控制研究主要针对槲皮苷、异槲皮苷等1~3种黄酮类物质进行含量测定<sup>[13]</sup>。我国合欢花资源较为丰富,单一的指标成分不能很好地控制药材质量,且有关合欢花全成分的物质基础研究较少,因此,有必要丰富药材的质量控制手段,对其成分进行系统研究。本研究建立了合欢花药材UPLC特征图谱来控制整体质量,方法学验证了精密度、重复性和稳定性等;并运用UPLC-Q/TOF-MS技术对合欢花药材进行快速分析,共鉴定出17个化合物,其中游离氨基酸类2个,有机酸类1个,黄酮及苷类12个,三萜皂苷类1个。该方法快速、灵敏、准确,可大大缩短天然产物成分分析的研究周期,节约成本,可作为合欢花质量控制的方法之一,同时为合理开发合欢花奠定了一定的基础。

## 参考文献

[1] Ye MF, Liu Z, Lou SF, et al. *Flos Albiziae* aqueous extract and its

active constituent quercetin potentiate the hypnotic effect of pentobarbital via the serotonergic system[J]. *Biomed Rep*, 2015, 3(6):835-838.

- [2] 施学丽,郭超峰. 合欢花的研究进展[J]. *中国民族医药杂志*, 2012,18(12):30-32.
- [3] 田硕,苗明三. 合欢花现代研究分析[J]. *中医学报*, 2014,29(6):859-861.
- [4] 冯玉,田宇柔,高乐,等. 合欢花饮片标准汤剂质量标准评价的建立[J]. *中国现代中药*, 2019,21(2):242-246.
- [5] 李旻. 合欢花水提物对抑郁模型大鼠认知功能及HPA轴的影响[J]. *中医临床研究*, 2017,9(4):8-11.
- [6] 李作平,赵丁,任雷鸣,等. 合欢花抗抑郁作用的药理实验研究初探[J]. *河北医科大学学报*, 2003,24(4):214-216.
- [7] 张黎媛. 液质联用技术在中药质量控制中的应用[J]. *世界中医药*, 2018,13(2):513-516,521.
- [8] 徐晓雅,陈鑫,邓惠婷,等. 液质联用技术的应用与发展[J]. *广州化工*, 2020,48(6):47-49.
- [9] 王萌,郭伟英. HPLC法同时测定合欢花中3种黄酮类成分[J]. *中成药*, 2013,35(9):1947-1950.
- [10] 李作平,张嫂丽,刘伟娜,等. 合欢花化学成分的研究(II)[J]. *天然产物研究与开发*, 2005,17(5):585-587.
- [11] Zhu S, Guo S, Duan JA, et al. UHPLC-TQF-MS Coupled with Multivariate Statistical Analysis to Characterize Nucleosides, Nucleobases and Amino Acids in *Angelicae Sinensis* Radix Obtained by Different Drying Methods[J]. *Molecules*, 2017,22(6):918.

(下转第62页)

(上接第52页)

- [7] 中华医学会呼吸病学分会慢性阻塞性肺疾病学组. 慢性阻塞性肺疾病诊治指南(2013年修订版)[J]. *中国医学前沿杂志:电子版*, 2014,6(2):67-80.
- [8] 尚红,王毓三,申子瑜. 全国临床检验操作规程[M]. 4版. 人民卫生出版社, 2015:页码?.
- [9] Wolfson JS, Swartz MN. Serum bactericidal activity as a monitor of an tibilic therapy[J]. *N Engl J Med*, 1985,312(15):968-975.
- [10] Kirkcaldy RD, Schlanger K, Papp JR, et al. Considerations for Strengthening Surveillance of Neisseria gonorrhoeae Antimicrobial Resistance and Interpreting Surveillance Data[J]. *Sex Transm Dis*, 2017,44(3):154-156.
- [11] Septimus EJ. Antimicrobial Resistance: An Antimicrobial/Diagnostic Stewardship and Infection Prevention Approach[J]. *Med Clin North Am*, 2018,102(5):819-829.
- [12] Gil-Gil T, Laborda P, Sanz-García F, et al. Antimicrobial resistance: A multifaceted problem with multipronged solutions[J]. *Microbiologyopen*, 2019,8(11):e945.
- [13] Wang S, Guan L, Dong C, et al. Evaluation of the drug effect and rational use of antiseptic drugs in outpatient and emergency

department of hospital[J]. *Pak J Pharm Sci*, 2018,31(4 Special):1701-1705.

- [14] 林华杰,周世娟,周文娟. 2013-2015年惠东地区儿童呼吸道流感嗜血杆菌感染流行病学特征及耐药性分析[J]. *实用预防医学*, 2017,24(7):831-833.
- [15] Lai CC, Chen CC, Lu YC, et al. In vitro activity of cefoperazone and cefoperazone-sulbactam against carbapenem-resistant *Acinetobacter baumannii* and *Pseudomonas aeruginosa* [J]. *Infect Drug Resist*, 2018,12:25-29.
- [16] Taverner J, Ross L, Bartlett C, et al. Antimicrobial prescription in patients dying from chronic obstructive pulmonary disease[J]. *Intern Med J*, 2019,49(1):2966-73.
- [17] Mboya EA, Sanga LA, Ngocho JS. Irrational use of antibiotics in the Moshi Municipality Northern Tanzania: a cross sectional study[J]. *Pan Afr Med J*, 2018,31:165.
- [18] Ailing W, Huifang L, Qin H. Rational drug use analysis of antibiotics in surgical operation with nursing intervention[J]. *Pak J Pharm Sci*, 2018,31(5 Special):2263-2269.

(收稿日期:2020-02-20)