

吴茱萸超微饮片的 HPLC 指纹图谱研究

Study on HPLC Fingerprint of Ultramicro Fructus Evodiae

蔡光先/CAI Guang-xian^{1,2}, 李顺祥/LI Shun-xiang^{1,2}, 汪小兵/WANG Xiao-bing¹,
岳春华/YUE Chun-hua², 黄 丹/HUANG Dan²

1. 湖南中医药大学, 长沙 410007
2. 湖南省中医药研究院, 长沙 410006

1. Hunan University of TCM, Changsha 410007, China
2. Hunan Academy of TCM, Changsha 410006, China

[摘要] 目的: 研究吴茱萸超微饮片的 HPLC 指纹图谱, 考察其有效成分含量, 为吴茱萸超微饮片的质控提供可靠方法。方法: 色谱柱为大连依利特公司 Hypersil BDS C₁₈(4.6 mm×200 mm, 5 μm) 柱; 流动相为乙腈-含 0.04 % 辛烷磺酸钠和 0.05 % 磷酸的水溶液二元梯度洗脱, 柱温为 35 , 流速为 1.0 ml·min⁻¹, 检测波长为 225 nm。结果: 初步建立了吴茱萸超微饮片的 HPLC 指纹图谱, 标定了 20 个共有峰。结论: 利用 HPLC 指纹图谱可以较全面地控制吴茱萸超微饮片的内在质量。

[关键词] 中药学; 吴茱萸超微饮片; 指纹图谱; 高效液相色谱法

[中图分类号] F284.1, TQ460.7²

[文献标识码] A

[文章编号] 1000-7857(2006)08-0040-04

Abstract: Objective: To determine the HPLC fingerprint of the Ultramicro Fructus Evodiae and to test its potent constituent content. Methods: Chromatographic column: Hypersil BDS C₁₈(4.6 mm×200 mm, 5 μm). Mobile phase: acetonitrile - 0.04% octane sulfuric acid sodium salt and 0.05% phosphoric acid in water in a gradient mode. Column temperature: 35 . Flow rate: 1.0 ml·min⁻¹. Wavelength: 225 nm. Results: The fingerprint of Ultramicro Fructus Evodiae was established and 20 common peaks were found in the fingerprint. Conclusion The methods and data can be used to control the quality of the Ultramicro Fructus Evodiae.

Key Words: traditional Chinese materia medica; ultramicro fructus evodiae; fingerprint; HPLC

CLC Numbers: F284.1, TQ460.7²

Document Code: A

Article ID: 1000-7857(2006)08-0040-04

吴茱萸为芸香科植物吴茱萸 *Evodia rutaecarpa* (Juss.) Benth.、石虎 *Evodia rutaecarpa*(Juss.) Benth.var. *officinalis*(Dode) Huang 或疏毛吴茱萸 *Evodia rutaecarpa* (Juss.) Benth.var. *bodinieri* (Dode) Huang 的干燥近成熟果实, 具有散寒止痛、降逆止呕、助阳止泻的作用^[1-3]。经超微粉碎后制成的饮片可提高中药成分的利用率, 减少中药资源的浪费^[4]。本实验对 17 批不同地区的商品吴茱萸药材制成的超微饮片进行测定, 并进行方法学考察, 初步建立了指纹图谱, 为吴茱萸标定了 20 个共有指纹峰, 其中吴茱萸内酯、吴茱萸碱、吴茱萸次碱为对照品, 并测定了其有效成分含量。

1 仪器与试剂

Waters 高效液相色谱仪 (配有 Waters 600 输液泵, Waters 2487 紫外检测器, 柱温箱); 吴茱萸碱对照品 (批号 110802-200204), 吴茱萸次碱 (批号 110801-20020), 吴茱萸内酯 (批号 800-200102), 均由中国药品生物制品检定所提供; 乙腈为色谱纯, 水为双蒸水与纯净水, 其余试剂为分析纯。17 批商品吴茱萸药材采购自湖南、四川、江西等地, 经湖南中医药大学研究院中药研究

所生药室谢昭明研究员鉴定, 分别为芸香科植物吴茱萸 *Evodia rutaecarpa*(Juss.) Benth.、石虎 *Evodia rutaecarpa*(Juss.) Benth.var. *officinalis*(Dode)Huang 或疏毛吴茱萸 *Evodia rutaecarpa*(Juss.) Benth.var. *bodinieri*(Dode) Huang, 分别加工成超微饮片。另外 3 批药材采自湖南浏阳圣方青园药材有限公司种植示范基地, 经鉴定分别为以上 3 个品种。

2 方法与结果

2.1 供试品溶液的制备

分别精密称取吴茱萸超微饮片粉末约 0.2 g (共 17 种), 于 100 ml 容量瓶中, 加乙醇至刻度, 超声 20 min, 0.45 μm 微孔滤膜滤过, 即得。

2.2 对照品溶液的制备

精密称取吴茱萸碱对照品约 5.0 mg, 置 100 ml 容量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 吸取 2 ml 于 10 ml 容量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 即得(10.0 μg·ml⁻¹)。

精密称取吴茱萸次碱对照品约 7.8 mg, 置 100 ml 容量瓶中,

收稿日期: 2006-06-02

基金项目: 国家“十五”科技攻关项目(2001BA701A43), 湖南省教育厅课题(04C452), 湖南省卫生厅中医药科研基金课题(24303)

作者简介: 蔡光先, 男, 湖南长沙市韶山中路 113 号湖南中医药大学党委书记、湖南省中医药研究院院长, 研究员, 主要研究方向为中医内科学、中药临床药理学; E-mail: lishunxiang@hotmail.com

加甲醇至刻度, 摇匀, 吸取 6.5 ml, 于 50 ml 容量瓶中加甲醇至刻度, 摇匀, 即得($10.1 \mu\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$)。

精密称取吴茱萸内酯对照品约 5.3 mg, 置 100 ml 容量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 即得($53.0 \mu\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$)。

2.3 色谱条件

色谱柱为大连依利特公司 Hypersil BDS C18 柱($4.6 \text{ mm} \times 200 \text{ mm}, 5 \mu\text{m}$)。色谱条件: 流动相为乙腈-含 0.04 % 辛烷磺酸钠和 0.05 % 磷酸的水溶液二元梯度洗脱, 见表 1。柱温为 35°C , 流速为 $1.0 \text{ ml} \cdot \text{min}^{-1}$, 检测波长为 225 nm。该条件下吴茱萸的各色谱峰均获得较好的分离, 吴茱萸内酯、吴茱萸碱、吴茱萸次碱的 t_{R} 分别为 42.59 min、46.82 min、47.86 min, 见图 1。

表 1 洗脱程序
Tbl. 1 Eluting gradient program

Time	Flow	A(乙腈)%	B(含 0.04 % 辛烷磺酸钠和 0.05 % 磷酸的水溶液)%	曲线
initial	1.00	10	90	*
26 min	1.00	25	75	6
32 min	1.00	34	66	6
69 min	1.00	80	20	6
80 min	1.00	80	20	6

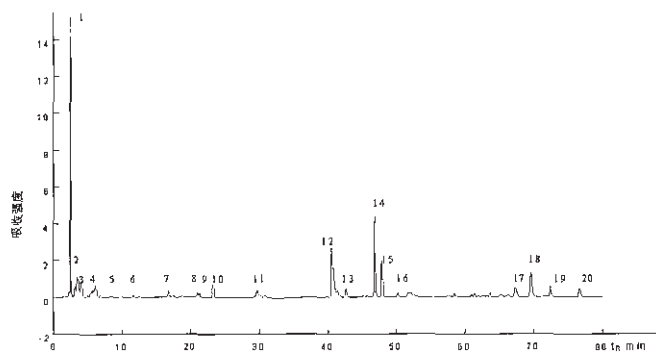


图 1 吴茱萸超微饮片的 HPLC 指纹图谱

Fig.1 HPLC Fingerprint of Ultramicro Fructus Evodiae

2.4 方法学考察

2.4.1 精密度实验

取同一份吴茱萸超微饮片的供试品连续进样 6 次, 比较共有指纹峰的相对保留时间和相对峰面积, 因为 2、3 号峰以及 8、9 号峰分离度均约为 0.7 左右, 计算其总的峰面积。结果表明, 各共有指纹峰的相对保留时间基本一致, 规定峰面积比值的各共有峰, $\text{RSD} < 3\%$ (见表 2、表 3), 符合指纹图谱的检测要求。

2.4.2 稳定性实验

取同一份吴茱萸超微饮片的供试品溶液, 分别在制备后 1、4、8、16、24、48 h 进样, 比较各共有指纹峰的相对保留时间和相对峰面积。结果表明, 各共有指纹峰的相对保留时间基本一致, 规定峰面积比值的各共有峰, $\text{RSD} < 3\%$, 表明样品在 24 h 内稳定, 符合指纹图谱的检测要求。

2.4.3 重现性实验

取同一批吴茱萸超微饮片样品 5 份, 按供试品溶液制备方法分别制备供试品溶液, 比较各共有指纹峰的相对保留时间和相对峰面积。结果表明, 各共有指纹峰的相对保留时间基本一致, 规定峰面积比值的各共有峰, $\text{RSD} < 3\%$, 符合指纹图谱的检测要求。

表 2 精密度试验结果(相对保留时间)
Tbl. 2 Result of precision (relative retention time)

峰号	1 次	2 次	3 次	4 次	5 次	6 次	RSD [*] (%)
1	0.053 7	0.053 7	0.052 6	0.053 4	0.053 8	0.049 5	0.033 9
2	0.072 8	0.073 4	0.073 9	0.075 0	0.073 5	0.073 4	0.010 0
3	0.085 1	0.085 7	0.086 7	0.087 5	0.085 8	0.085 7	0.010 3
4	0.127 7	0.130 0	0.129 9	0.132 2	0.129 6	0.128 9	0.011 4
5	0.175 7	0.178 1	0.176 9	0.181 3	0.177 6	0.177 5	0.010 5
6	0.250 4	0.249 6	0.248 4	0.254 3	0.249 2	0.248 5	0.008 9
7	0.358 1	0.354 2	0.353 5	0.361 7	0.353 8	0.354 7	0.009 1
8	0.448 7	0.442 8	0.442 5	0.451 7	0.442 0	0.443 9	0.009 0
9	0.456 2	0.449 7	0.448 9	0.458 7	0.448 9	0.450 3	0.009 4
10	0.497 2	0.491 9	0.491 6	0.501 8	0.490 5	0.492 4	0.009 3
11	0.636 4	0.631 7	0.631 4	0.645 2	0.630 5	0.632 8	0.009 7
12	0.865 1	0.866 6	0.866 6	0.886 1	0.867 6	0.868 2	0.009 7
13	0.909 9	0.909 8	0.909 8	0.929 7	0.909 8	0.909 8	0.009 7
S	1.000 0	1.000 0	1.000 0	1.000 0	1.000 0	1.000 0	0.000 0
15	1.021 9	1.022 4	1.022 4	1.044 7	1.022 4	1.022 4	0.008 9
16	1.070 9	1.070 5	1.070 4	1.093 2	1.070 5	1.070 5	0.008 6
17	1.429 2	1.432 9	1.432 6	1.463 9	1.434 7	1.433 9	0.009 4
18	1.477 2	1.480 4	1.480 6	1.513 5	1.482 8	1.482 5	0.009 6
19	1.537 4	1.541 2	1.541 4	1.575 1	1.543 6	1.542 8	0.009 5
20	1.625 9	1.629 8	1.630 0	1.666 6	1.632 8	1.631 9	0.009 7

注: ▲ 为相对标准差。

表 3 精密度试验结果(相对峰面积)
Tbl. 3 Result of precision (relative retention areas)

峰号	1 次	2 次	3 次	4 次	5 次	6 次	RSD (%)
1 [▲]	2.016 7	2.031 2	1.917 3	2.008 0	2.018 2	1.964 8	2.176 1
2+3 [▲]	1.575 3	1.621 2	1.621 6	1.594 7	1.623 8	1.588 7	1.291 1
4	0.654 7	0.669 0	0.678 8	0.677 7	0.677 0	0.670 3	1.349 3
5	0.122 2	0.121 9	0.125 6	0.132 6	0.136 6	0.134 7	5.071 0
6	0.158 7	0.162 5	0.147 9	0.162 6	0.165 8	0.162 8	3.984 4
7	0.226 3	0.209 1	0.199 8	0.210 5	0.209 9	0.213 2	2.446 5
8+9	0.243 2	0.244 8	0.230 0	0.237 5	0.247 4	0.243 8	2.636 6
10	0.310 7	0.325 9	0.301 5	0.325 6	0.329 9	0.335 7	4.046 5
11	0.286 0	0.299 3	0.284 6	0.309 1	0.305 4	0.300 8	3.125 6
12 [▲]	1.422 5	1.432 5	1.389 2	1.475 1	1.470 6	1.481 8	2.686 3
13	0.156 7	0.155 1	0.149 0	0.157 1	0.157 9	0.158 8	2.526 4
S	1.000 0	1.000 0	1.000 0	1.000 0	1.000 0	1.000 0	0.000 0
15	0.676 5	0.600 8	0.562 8	0.600 2	0.604 0	0.604 8	3.003 1
16	0.032 4	0.032 2	0.027 8	0.031 9	0.032 4	0.033 1	6.077 1
17	0.511 1	0.556 0	0.516 4	0.557 6	0.554 3	0.558 3	3.289 2
18	0.654 2	0.554 8	0.516 7	0.532 3	0.524 4	0.523 7	2.674 7
19	0.340 4	0.309 4	0.291 8	0.309 4	0.313 9	0.315 6	3.069 5
20	0.284 0	0.290 7	0.270 2	0.290 3	0.294 2	0.294 8	3.530 2

注: ▲ 为超过总峰面积 10% 的峰。

2.5 指纹图谱的建立

2.5.1 共有指纹峰的标定

采用相对保留时间标定共有指纹峰: 以图谱中吴茱萸碱为参照物(s), 将各色谱峰保留时间与同一图谱中参照物的保留时间比较, 其比值为各色谱峰的相对保留时间。分别计算 12 批吴茱萸样品的指纹图谱中各色谱峰的相对保留时间和相对峰面积, 其中 20 个色谱峰为吴茱萸共有 (见表 4), 因此, 标定它们为共有指纹峰。其共有指纹峰的相对保留时间见表 4 平均值。

2.5.2 共有指纹峰的相对峰面积

以图谱中吴茱萸碱为参照物(s), 将各共有指纹峰峰面积与同一图谱中参照物的峰面积比较, 其比值为各共有指纹峰的相对峰面积。根据《中药注射剂指纹图谱研究的技术要求》的规定^[4], 当

表4 12批吴茱萸超微饮片的相对保留时间
Tbl. 4 Relative retention time of 12 batches of Ultramicro Fructus Evodiae

峰号	样1	样2	样3	样4	样5	样6	样7	样8	样9	样10	样11	样12	平均值
1	0.053 8	0.052 1	0.051 6	0.051 6	0.051 5	0.051 6	0.051 9	0.052 1	0.052 2	0.052 1	0.052 1	0.052 1	0.052 1
2	0.073 5	0.073 9	0.072 9	0.066 5	0.067 0	0.072 9	0.073 5	0.072 9	0.073 6	0.072 9	0.073 4	0.073 5	0.072 2
3	0.085 8	0.086 2	0.084 6	0.085 2	0.072 9	0.085 7	0.086 3	0.085 2	0.085 9	0.085 2	0.085 7	0.085 8	0.084 5
4	0.129 6	0.131 5	0.128 9	0.130 0	0.128 3	0.130 0	0.129 1	0.128 5	0.130 2	0.129 0	0.129 5	0.129 0	0.129 5
5	0.177 6	0.175 8	0.176 5	0.178 1	0.175 3	0.178 1	0.177 2	0.177 1	0.178 3	0.176 5	0.178 8	0.177 6	0.177 2
6	0.249 2	0.248 4	0.250 1	0.246 9	0.244 1	0.249 0	0.246 6	0.244 4	0.244 6	0.243 8	0.245 3	0.245 4	0.246 5
7	0.353 8	0.358 3	0.361 7	0.356 9	0.354 5	0.356 9	0.354 6	0.356 0	0.356 4	0.354 9	0.356 3	0.356 5	0.356 4
8	0.442 0	0.447 9	0.450 8	0.446 0	0.446 0	0.446 5	0.444 9	0.446 2	0.445 1	0.446 2	0.445 5	0.445 8	0.446 1
9	0.448 9	0.454 3	0.457 2	0.452 4	0.451 1	0.452 9	0.451 3	0.452 6	0.452 0	0.451 0	0.452 4	0.452 1	0.452 4
10	0.490 5	0.497 0	0.499 9	0.495 6	0.494 8	0.496 2	0.494 0	0.495 4	0.494 3	0.494 3	0.495 6	0.495 4	0.495 2
11	0.630 5	0.633 5	0.636 0	0.632 3	0.633 5	0.634 4	0.629 7	0.625 8	0.634 3	0.635 3	0.636 5	0.636 3	0.634 0
12	0.867 6	0.865 0	0.867 6	0.867 1	0.868 8	0.866 6	0.863 4	0.871 3	0.869 6	0.871 8	0.872 4	0.872 9	0.868 7
13	0.909 8	0.910 4	0.910 9	0.909 8	0.909 8	0.909 8	0.913 4	0.909 8	0.909 7	0.909 8	0.910 3	0.910 3	0.910 3
S	1.000 0	1.000 0	1.000 0	1.000 0	1.000 0	1.000 0	1.000 0	1.000 0	1.000 0	1.000 0	1.000 0	1.000 0	1.000 0
15	1.022 4	1.022 4	1.022 4	1.021 9	1.022 4	1.021 9	1.021 9	1.022 4	1.022 5	1.022 4	1.022 4	1.022 4	1.022 1
16	1.070 5	1.069 9	1.069 9	1.069 4	1.070 4	1.069 9	1.068 4	1.068 4	1.069 5	1.067 8	1.067 3	1.067 8	1.069 1
17	1.434 7	1.435 3	1.436 6	1.437 1	1.434 8	1.435 0	1.434 4	1.435 8	1.437 8	1.438 4	1.438 2	1.436 8	1.436 2
18	1.482 8	1.483 8	1.484 6	1.485 7	1.483 3	1.484 1	1.491 6	1.484 .9	1.485 9	1.486 5	1.485 7	1.486 0	1.485 4
19	1.543 6	1.544 6	1.545 5	1.546 5	1.543 6	1.544 9	1.544 5	1.545 8	1.546 9	1.546 8	1.546 5	1.546 3	1.545 5
20	1.632 8	1.634 8	1.635 7	1.636 7	1.632 1	1.634 1	1.634 2	1.634 9	1.636 2	1.636 5	1.636 2	1.636 0	1.635 0

保留时间小于或等于 30 min, 单峰峰面积占总峰面积<5% 时, 峰面积比值不作要求, 仅需标定相对保留时间; 当保留时间大于 30 min, 单峰峰面积占总峰面积<10%时, 峰面积比值不作要求, 仅需标定相对保留时间。在此标定 1、2+3 和 12 号峰的相对峰面积, 因为 2、3 号峰分离度约为 0.7 左右, 计算其总的峰面积。结果显示, 其差值小于 $\pm 25\%$, 符合指纹图谱的检测要求(见表 5)。

表5 12批吴茱萸超微饮片共有指纹峰的相对峰面积
Tbl. 5 Area of common fingerprint peak of 12 batches of Ultramicro Fructus Evodiae

样品号	峰 1	峰 2+3	峰 12	峰 S
1	1.852 3	1.551 8	1.405 1	1
2	1.682 1	1.493 4	1.204 1	1
3	1.556 2	1.313 1	1.164 9	1
4	1.597 2	1.368 8	1.407 3	1
5	1.582 6	1.308 0	1.147 4	1
6	1.905 6	1.461 8	1.279 5	1
7	1.631 0	1.355 3	1.408 1	1
8	1.733 8	1.341 1	1.434 2	1
9	1.681 5	1.416 0	1.150 7	1
10	1.699 2	1.520 5	1.268 2	1
11	1.643 2	1.531 0	1.257 7	1
12	1.886 3	1.365 8	1.361 3	1
平均值	1.704 3	1.418 9	1.290 7	1
最大差值 %	19	19	21	0

2.6 吴茱萸超微饮片中各主要成分含量测定

2.6.1 吴茱萸碱、吴茱萸次碱、吴茱萸内酯线性关系考察^[2,5,6]

精密量取配制好的吴茱萸碱、吴茱萸次碱、吴茱萸内酯对照品溶液 1 μL 、2.5 μL 、5 μL 、10 μL 、15 μL 进样, 测定峰面积。以进样量为横坐标(X), 以峰面积响应值为纵坐标(Y), 绘标准曲线, 得吴茱萸碱回归方程: $Y=122.217X+7.819.1(r=0.999.8)$, 结果表明, 吴茱萸碱在 10~150 ng 范围内与峰面积呈良好的线性关系。吴茱萸次碱回归方程: $Y=61.913X-5050.2(r=1)$, 结果表明吴茱萸次碱在 10.14~152.1 ng 范围内与峰面积呈良好的线性关系。吴茱萸内酯回归方程: $Y=9.757X-2.138.1(r=0.999.8)$, 结果表明, 吴茱萸内酯在 53~795 ng 范围内与峰面积呈良好的线性关系。

2.6.2 20 批不同来源吴茱萸的超微饮片中的各主要成分含量比较

见表 6。

2.7 相似度计算

采用中南大学“计算机辅助相似性评价系统”进行相似度计算。有关参数设置如下。

1) 预处理: 数据压缩——50 000 $\times$ 13, 压缩层数 2

数据平滑——使用移动窗口多项式最小二乘拟合平滑

数据平移——五标准峰平移

2) 谱峰处理: 谱峰识别 所有指纹图谱同一阈值 0.015; 自动谱峰匹配。

相似度计算结果见图 2。

3 结论与讨论

1) 超微饮片是湖南省中医药研究院研制的一种微米级新型中药饮片, 因其原药材的形状、显微特征已不存在, 采用指纹图谱技术来控制其质量具有较强的专属性^[7-9]。

2) 本实验供试品溶液的制备, 对浸泡及超声时间进行考察(10 min, 20 min, 40 min), 结果显示浸泡与不浸泡没有明显差别, 20 min 提取已基本完全, 此为超微饮片的超声提取时间较为合适, 也表明超微饮片成分易于溶出。

3) 实验过程中曾参照 2000 版药典采用乙腈-水-四氢呋喃-乙酸(51: 48: 1: 0.1)、水-甲醇(梯度洗脱)作为流动相, 但分离效果不好。参考文献[2, 6]加入离子对试剂, 采取乙腈-含 0.04 % 辛烷磺酸钠和 0.05 % 磷酸的水溶液(10: 90~80: 20)二元梯度洗脱, 分离效果较好, 保留时间适当。

4) 实验过程中, 比较不同来源的水为流动相时, 发现其对结果影响比较大, 采取空白与样 1、样 11、样 16 相比较, 51~67 min 为空白干扰峰, 故实验中没有将其标定为共有峰。

5) 实验结果发现, 吴茱萸 3 种不同来源种之间, 各共有峰的相对保留时间基本无差异。对 17 批不同来源的吴茱萸超微饮片进行了吴茱萸内酯、吴茱萸碱、吴茱萸次碱的含量测定, 结果表明, 吴茱萸超微饮片原料各主要成分含量因品种影响不大; 但因产地的不同, 其有效成分的含量有较大的差异。同法制备了 3 批湖南产吴茱萸不经过超微的细粉, 发现各共有峰及各主要成分含量与超微处理无明显差异。

表 6 20 批不同来源吴茱萸的超微饮片的吴茱萸内酯、吴茱萸碱、吴茱萸次碱含量结果
Tbl. 6 The content of Evodine, Evodiamine, Rutaecarpine in 20 batches of Ultramicro Fructus Evodiae from different origin

样品号	样品产地	品种	吴茱萸内酯 (%)	吴茱萸碱 (%)	吴茱萸次碱 (%)	吴茱萸碱、吴茱萸次碱总量 (%)
1	扬州百姓绿	疏毛吴茱萸	1.386	0.121	0.157	0.278
2	北京同仁堂	疏毛吴茱萸	2.369	0.212	0.213	0.425
3	永新大药房	疏毛吴茱萸	1.739	0.120	0.169	0.289
4	广州二天堂	疏毛吴茱萸	1.825	0.223	0.285	0.508
5	福州惠好	疏毛吴茱萸	1.620	0.140	0.159	0.299
6	深圳润泽堂药房	疏毛吴茱萸	1.877	0.256	0.213	0.469
7	山东聊城利民(湖南)	疏毛吴茱萸	1.326	0.192	0.168	0.360
8	重庆全发大药房	吴茱萸	1.389	0.144	0.392	0.536
9	南京清凉门(江西产)	吴茱萸	1.124	0.372	0.280	0.652
10	贵州	吴茱萸	2.356	0.069	0.180	0.249
11	吉深药房	吴茱萸	1.948	0.506	0.384	0.890
12	五州大药房	吴茱萸	2.039	0.190	0.211	0.401
13	吉林吉深药房	石虎	1.437	0.203	0.290	0.493
14	福州融辰	石虎	1.708	0.091	0.076	0.167
15	上海	石虎	2.089	0.396	0.308	0.704
16	非常大药房	石虎	4.595	0.095	0.095	0.190
17	扬州大德生	石虎	1.977	0.138	0.111	0.249
18	湖南浏阳圣方青园	吴茱萸	3.738	0.583	0.227	0.810
19	湖南浏阳圣方青园	石虎	4.025	0.420	0.236	0.656
20	湖南浏阳圣方青园	疏毛吴茱萸	2.094	0.284	0.158	0.442

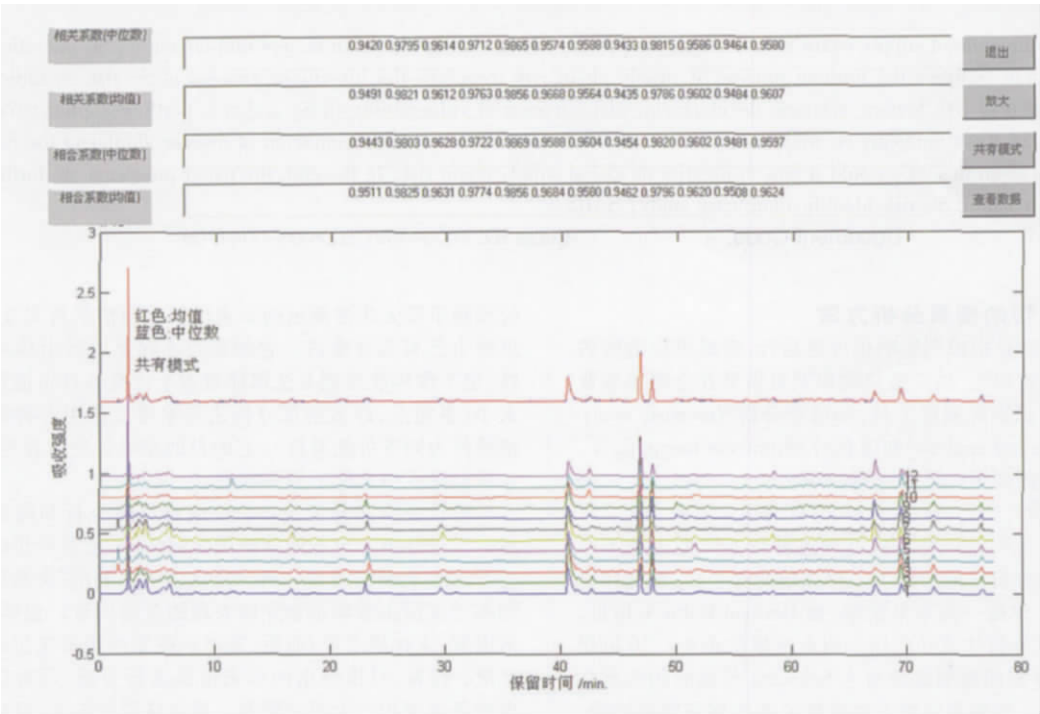


图 2 吴茱萸相似度计算(全谱) 结果
Fig.2 Comparability computing result of whole HPLC Fingerprints of Ultramicro Fructus Evodiae

6) 相似度计算结果表明, 4 组相似度的参数基本都在 0.92 以上, 说明建立的指纹图谱相似度较好。

参考文献 (References)

[1] 国家药典委员会. 中国药典 2000 版. 一部[S]. 北京: 化学工业出版社, 2000: 136.
[2] 国家药典委员会. 中国药典 2005 版. 一部[S]. 北京: 化学工业出版社, 2005: 118- 119.
[3] 蔡光先, 杨永华, 李跃辉. 超微粉体技术与中药饮片改革[J]. 世界科学技术——中医现代化, 2004, 6(2): 67- 70, 87.

[4] 国家药品监督管理局. 中药注射剂指纹图谱研究的技术要求 (暂行) [J]. 中草药, 2000, 22(10): 671- 675.
[5] 甄攀, 王治, 白雪梅. 吴茱萸中吴茱萸碱和吴茱萸次碱的 HPLC 分析 [J]. 中成药, 2004, 26(3): 227- 229.
[6] 于治国, 马俊风. HPLC 测定吴茱萸及其制剂中吴茱萸碱和吴茱萸次碱含量[J]. 中国药学杂志, 1999, 34(19): 690- 693.
[7] 蔡光先, 李顺祥. 天麻超微饮片的 HPLC 指纹图谱研究[J]. 科技导报, 2006, 24(2): 33- 35.
[8] 李顺祥, 张志光, 龙勉, 蔡光先. 骨碎补超微饮片的 HPLC 指纹图谱研究[J]. 中草药, 2005, 36(11): 1634- 1637. (责任编辑 李慧政)