# UPLC-MS/MS 法同时测定裸花紫珠颗粒中 11 种成分的含量及其组合物预防肠炎的作用初探

刘　沫[1,2]，欧阳丹薇[1,2]，康兴东[3,4]，吴　彤[1,2]*

（1. 中国医药工业研究总院，上海 201203；2. 上海医药工业研究院有限公司，先导物成药性研究全国重点实验室，上海 201203；3. 南京中医药大学中药学院，江苏南京 210023；4. 江西普正制药股份有限公司，江西吉安 343100）

**摘要**：建立了 UPLC-MS/MS 法同时测定裸花紫珠颗粒中京尼平苷酸、脱咖啡酰基毛蕊花糖苷、肉苁蓉苷 F、原儿茶醛、咖啡酸、阿魏酸、木犀草苷、毛蕊花糖苷、异毛蕊花糖苷、2'- 乙酰基毛蕊花糖苷、木犀草素的含量，并按照测得的含量进行组合，探究其预防溃疡性结肠炎药效。采用 Waters ACQUITY UPLC BEH $C_{18}$ 柱（2.1 mm×150 mm，1.7 μm）；流动相 A 为 0.1% 甲酸水溶液，B 为 0.1% 甲酸乙腈溶液，梯度洗脱；流速 0.35 mL/min，柱温 35 ℃。通过建立葡聚糖硫酸钠诱导的急性溃疡性结肠炎小鼠模型，评价裸花紫珠颗粒中上述 11 种成分组合的预防效果。11 种成分在各自质量浓度范围内与峰面积线性关系良好（$r^2$>0.999），平均加样回收率为 97.58%～ 104.10%，RSD 为 1.29%～ 2.77%。与模型组小鼠相比，干预组小鼠的疾病活动指数显著减小（$P$<0.05），结肠长度明显延长（$P$<0.01），结肠病理损伤得到改善，结肠内炎症因子 TNF-α 和 IL-1β 的表达水平显著降低（$P$<0.05），而 IL-10 的表达水平显著升高（$P$<0.05）。该法准确、可靠、灵敏、快速，可为裸花紫珠颗粒的整体质量评价和临床应用提供依据。

**关键词**：裸花紫珠颗粒；UPLC-MS/MS；活性成分；含量测定；溃疡性结肠炎；预防

**中图分类号**：R284.1；R285.5　　**文献标志码**：A　　**文章编号**：1001-8255(2026)05-0578-07

**引用**：刘　沫, 欧阳丹薇, 康兴东, 等．UPLC-MS/MS法同时测定裸花紫珠颗粒中11种成分的含量及其组合物预防肠炎的作用初探[J]．中国医药工业杂志, 2026, **57**(5): 578-584．DOI：10.16522/j.cnki.cjph.2026.05.011

# Simultaneous Determination of 11 Components in *Luohua Zizhu* Granules by UPLC-MS/MS and Preliminary Investigation of Protective Efficacy of Composition on Ulcerative Colitis

LIU Mo[1], OUYANG Danwei[1], KANG Xingdong[2,3], WU Tong[1]*

(*1. China State Institute of Pharmaceutical Industry, Shanghai 201203; 2. National Key Lab. of Lead Druggability Research, Shanghai Institute of Pharmaceutical Industry Co., Ltd., Shanghai 201203; 3. School of Chinese Materia Medica, Nanjing University of Chinese Medicine, Nanjing 210023; 4. Jiangxi Puzheng Pharmaceutical Co., Ltd., Ji'an 343100*)

**ABSTRACT**: A straightforward and swift UPLC-MS/MS method was established for simultaneous determination of 11 compounds in *Luohua Zizhu* granules, including geniposidic acid, decaffeoylacteoside, cistanoside F, protocatechualdehyde, caffeic acid, ferulic acid, luteoloside, acteoside, isoacteoside, 2'-acetylacteoside, luteolin. The combination of these components was prepared according to their measured contents, and its protective effect against ulcerative colitis was investigated. The analysis was performed on a Waters ACQUITY UPLC BEH $C_{18}$ column (2.1 mm× 150 mm, 1.7 μm). Gradient elution was conducted using. 0.1% formic acid aqueous solution as mobile phase A and 0.1% formic acid in acetonitrile as mobile phase B. The flow rate was 0.35 mL/min, and the column temperature was maintained at 35 ℃. A mouse model of acute ulcerative colitis induced by dextran sulfate sodium was established to evaluate the protective effect of the 11-component combination from *Luohua Zizhu* granules. The 11 components showed good linear relationships between peak area and mass concentration within their respective ranges ($r^2$>0.999). The average spiked recovery rates were 97.58 % – 104.10 %, with RSDs of 1.29 % – 2.77 %. Compared with the model group, the disease

activity index of mice in the treatment group was significantly reduced ($P$<0.05), the colon length of mice was markedly prolonged ($P$<0.01), and colonic pathological injury was alleviated. Meanwhile, the expression levels of inflammatory factors TNF-α and IL-1β in the colon was significantly decreased ($P$<0.05), while the expression level of IL-10 in the colon was significantly increased ($P$<0.05). This method is accurate, reliable, sensitive and rapid, which can provide an experimental basis for the quality control and clinical application of *Luohua Zizhu* granules.

**Key Words**: *Luohua Zizhu* granule; UPLC-MS/MS; bioactive compound; assay; ulcerative colitis; protection

裸花紫珠（*Callicarpa nudiflora* Hook. et Arn.）是马鞭草科紫珠属植物，在中国海南、江西、广东和广西等地广泛分布[1-2]。其包含多类复杂成分[3-5]，以黄酮类、苯乙醇苷类、环烯醚萜苷类、三萜类和二萜类化合物为主。裸花紫珠颗粒在临床上常与其他药物联用，进行抗炎和止血治疗[6-7]。ChP 2025年版将木犀草苷和毛蕊花糖苷定为裸花紫珠的质量控制化合物，标准为木犀草苷的含量不低于0.050%，毛蕊花糖苷的含量不低于0.80%。SHI等[8]对紫珠属植物中的苯丙素类与黄酮类主要成分开展定量分析；陈娟等[9]建立了裸紫花珠主要指标成分的含量测定方法。但以上方法均存在一定的局限性，如预处理过程复杂、分析过程耗时长等。

液质联用技术在中药的复杂成分化学表征、活性物质鉴定以及多组分同步定量分析等领域发挥关键作用[10-12]。溃疡性结肠炎是炎症性肠病的一种亚型，临床表现为浅表黏膜溃疡伴便血[13]。近年来，关于裸花紫珠中总黄酮和多糖类成分对溃疡性结肠炎的潜在作用研究已见报道[5,14-15]。但中药的整体药效体现为多类成分间的非线性协同作用，因此有必要寻找可以代表原方整体药效的化合物群[16]。

本研究建立了一种UPLC-MS/MS法，快速测定了裸花紫珠颗粒中京尼平苷酸（**1**）、脱咖啡酰基毛蕊花糖苷（**2**）、肉苁蓉苷F（**3**）、原儿茶醛（**4**）、咖啡酸（**5**）、阿魏酸（**6**）、木犀草苷（**7**）、毛蕊花糖苷（**8**）、异毛蕊花糖苷（**9**）、2'-乙酰基毛蕊花糖苷（**10**）、木犀草素（**11**）的含量，并按照测得的含量进行组合，在溃疡性结肠炎模型小鼠体内考察其预防作用，以期为裸花紫珠颗粒的临床基础研究、潜在有效成分分析及机制研究提供依据。

## 1 仪器与试药

ExionLC™型高效液相色谱仪（日本岛津公司）；AB Q-TRAP 4500型三重四极杆质谱仪（美国AB Sciex公司）；Varioskan Flash型全波长多功能酶标仪（美国Thermo Fisher公司）；MS105型电子分析天平（瑞士梅特勒-托利多仪器有限公司）；Milli-Q型超纯水仪（默克化工技术有限公司）；HT165型高速台式离心机（湘潭湘仪仪器有限公司）；JXFSTPRP-32L型全自动样品快速研磨仪（上海净信实业有限公司）。

裸花紫珠颗粒（江西普正制药股份有限公司，规格为每袋3 g，批号211107、210608、211217、211106、210803、211219）；**1**（含量≥98%，批号CFS202301）、**2**（含量≥98%，批号CFS202301）、**3**（含量≥98%，批号CFS202301）、**4**（含量≥98%，批号CFS202302）、**5**（含量≥98%，批号CFS202302）、**6**（含量≥98%，批号CFS202302）、**7**（含量≥98%，批号CFS202302）、**8**（含量≥98%，批号CFS202302）、**9**（含量≥98%，批号CFS202301）、**10**（含量≥98%，批号CFS202301）和**11**（含量≥98%，批号CFS202301）的对照品均购自武汉天植生物技术有限公司；葡聚糖硫酸钠（美国MP公司，批号160110）；TNF-α ELISA试剂盒（批号BYHS500006）、IL-1β ELISA试剂盒（批号BYHS500007）和IL-10 ELISA试剂盒（批号BYGR500005）均购自上海博研生物科技有限公司；T-PER™组织蛋白提取试剂（批号78510）、苯甲基磺酰氟（phenylmethanesulfonyl fluoride，PMSF，批号36978）和蛋白酶抑制剂Cocktail（批号87785）均购自上海赛默飞世尔科技公司；BCA蛋白定量试剂盒（大连美仑生物技术有限公司，批号MA0082）；PBS（武汉赛维尔生物技术有限公司，批号2200070020）；乙腈、甲酸为色谱纯，

**收稿日期**：2025-08-26

**作者简介**：刘　沫，博士研究生，专业方向：中药物质基础及机制研究。
**通信作者**：吴　彤，研究员，从事天然药物药效物质基础研究及中药、天然药物创新药研发。

甲醇为分析纯，水为超纯水。

雄性 BALB/c 小鼠 32 只，体质量 (20±2) g，购自浙江维通利华实验动物有限公司，生产许可证号 SCXK（浙）2021-0006，自由饮食饮水。本次动物实验经上海医药工业研究院实验动物伦理委员会批准，伦理审批号 2022ZY083。

## 2　方法与结果

### 2.1　溶液制备

混合对照品溶液：精密称取各化合物对照品适量，用 70% 甲醇水溶液溶解并配制成单一对照品贮备液，**1** ～ **11** 质量浓度分别为 557、435、490、473、521、436、532、428、456、440 和 585 μg/mL；精密量取各对照品贮备液适量，混匀，使该混合贮备液中 **1** ～ **11** 的质量浓度分别为 6.68、52.20、58.80、5.68、62.52、5.23、63.84、51.36、54.72、5.28 和 7.02 μg/mL，即得。另取各单一对照品贮备液，混匀后用 70% 甲醇水溶液逐级稀释，制成系列质量浓度的混合对照品溶液，用于线性试验。各溶液于 4 ℃冰箱保存，备用。

供试品溶液：精密称取裸花紫珠颗粒 1 g，置具塞锥形瓶中，精密加入 70% 甲醇水溶液 100 mL，精密称定后超声（功率 250 W，频率 40 kHz）60 min，放冷后用 70% 甲醇水溶液补足减失的质量，摇匀后离心 (28 621×*g*) 10 min，取上清液进样分析。

### 2.2　色谱质谱条件

色谱条件：色谱柱 Waters ACQUITY UPLC BEH $C_{18}$ 柱 (2.1 mm×150 mm，1.7 μm)；流动相 A 为 0.1% 甲酸水溶液，B 为 0.1% 甲酸乙腈溶液，梯度洗脱 (0—15 min，B 10%；15—16 min，B 10%—20%；16—18 min，B 20%—90%；18—19 min，B 90%—10%；19—20 min，B 10%)；流速 0.35 mL/min；柱温 35 ℃；进样量 1 μL。

质谱条件：离子源 电喷雾离子源，多反应监测模式；喷雾电压 4 500 V；离子源温度 550 ℃；雾化气 (Gas 1) $N_2$；辅助气 (Gas 2) $N_2$；气帘气 $N_2$。优化的各离子对质谱参数值如表 1 所示。

**表 1　各成分的优化质谱参数**

Tab.1　Optimized Tandem MS/MS Parameters for Each Component

| 活性成分 | 保留时间 / min | 母离子 *m/z* | 子离子 *m/z* | 锥孔电压 / V | 碰撞电压 / V |
|---|---|---|---|---|---|
| **1** | 1.0 | 373.10 | 211.10 | －91.66 | －31.04 |
| **2** | 1.6 | 461.20 | 315.20 | －141.35 | －33.89 |
| **3** | 1.7 | 487.10 | 179.10 | －141.51 | －26.77 |
| **4** | 2.3 | 137.00 | 107.80 | －83.26 | －29.88 |
| **5** | 2.9 | 179.00 | 134.90 | －77.21 | －21.73 |
| **6** | 5.9 | 193.00 | 134.20 | －63.63 | －29.10 |
| **7** | 8.3 | 447.30 | 285.10 | －136.38 | －40.03 |
| **8** | 9.9 | 623.10 | 160.90 | －152.40 | －40.96 |
| **9** | 11.3 | 623.10 | 160.90 | －126.52 | －42.57 |
| **10** | 14.9 | 665.20 | 160.90 | －153.52 | －45.10 |
| **11** | 16.4 | 285.00 | 133.10 | －123.78 | －48.02 |

### 2.3　方法学考察

#### 2.3.1　专属性试验

取“**2.1**”项下供试品溶液和混合对照品溶液适量，按“**2.2**”项下条件进样测定。结果显示，11 种目标分析物均能有效分离且在各自保留时间内响应较好，方法专属性强（图 1）。

#### 2.3.2　线性关系考察

精密吸取“**2.1**”项下混合对照品溶液，按“**2.2**”项下方法进样分析，以各成分的质量浓度为横坐标 (*c*)、相应的峰面积 (*A*) 为纵坐标进行线性回归分析。分别以信噪比 *S*/*N* 为 3 和 10 计算 LOD 和 LOQ。结果（表 2）表明，所有成分在各自质量浓度范围内线性关系良好 ($r^2 \geqslant 0.999$)。

#### 2.3.3　精密度试验

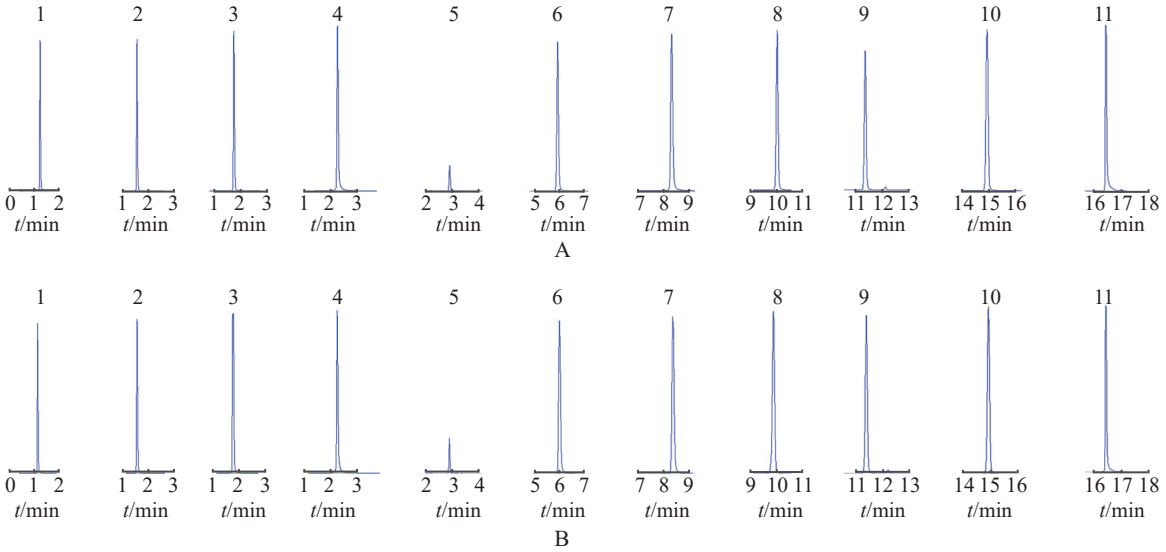
取对照品溶液适量，按“**2.2**”项下条件进样测定，计算得 **1** ～ **11** 峰面积的 RSD 分别为 1.79%、1.51%、1.64%、0.89%、0.97%、1.72%、0.74%、2.06%、1.66%、1.32%、1.93% (*n*=6)。

#### 2.3.4　重复性试验

精密称取同一批样品（批号 211107）6 份，按“**2.1**”项下方法制备供试品溶液，在“**2.2**”项下条件进样测定，计算得 **1** ～ **11** 含量的 RSD 分别为 1.25%、1.05%、1.61%、1.73%、2.03%、1.66%、1.31%、0.78%、1.57%、1.67%、1.59% (*n*=6)。

#### 2.3.5　稳定性试验

精密称取供试品溶液适量，分别于室温放置 0、2、4、8、12 和 24 h 时取样，按“**2.2**”项下条件进样测定，计算得 **1** ～ **11** 含量的 RSD 分别为 0.94%、0.87%、




1—**1**；2—**2**；3—**3**；4—**4**；5—**5**；6—**6**；7—**7**；8—**8**；9—**9**；10—**10**；11—**11**。

**图 1 对照品溶液（A）和供试品溶液（B）的色谱图**

Fig.1 Chromatograms of Reference Substance Solution (A) and Test Sample Solution (B)

**表 2 11 种成分的线性回归方程、LOD 和 LOQ**

Tab.2 Linear Regression Equations, LODs and LOQs of 11 Components

| 活性成分 | 回归方程 | $r^2$ | 线性范围 /(ng·mL$^{-1}$) | LOD/(ng·mL$^{-1}$) | LOQ/(ng·mL$^{-1}$) |
|---|---|---|---|---|---|
| **1** | $A$=403.84$c$ − 9.37 | 0.999 5 | 8.39 ～ 4 989.00 | 1.05 | 2.64 |
| **2** | $A$=140.02$c$ − 249.10 | 0.999 1 | 31.68 ～ 50 430.00 | 3.70 | 5.78 |
| **3** | $A$=629.07$c$ − 3 426.80 | 0.999 2 | 39.62 ～ 50 300.00 | 1.07 | 6.40 |
| **4** | $A$=1 146.15$c$ − 251.84 | 0.999 2 | 5.24 ～ 4 935.00 | 1.25 | 2.57 |
| **5** | $A$=159.09$c$+768.40 | 0.999 3 | 18.36 ～ 50 160.00 | 1.49 | 7.81 |
| **6** | $A$=673.65$c$ − 293.61 | 0.999 1 | 8.47 ～ 5 008.00 | 1.62 | 3.05 |
| **7** | $A$=3 054.49$c$ − 46 723.40 | 0.999 9 | 48.34 ～ 50 060.00 | 0.42 | 0.83 |
| **8** | $A$=972.89$c$+7 349.24 | 0.999 2 | 118.40 ～ 50 600.00 | 2.40 | 5.35 |
| **9** | $A$=1 426.01$c$ − 4 654.67 | 0.999 4 | 12.44 ～ 49 710.00 | 3.08 | 4.88 |
| **10** | $A$=615.40$c$+637.08 | 0.999 0 | 7.66 ～ 5 036.00 | 3.04 | 4.17 |
| **11** | $A$=3 494.35$c$ − 24 436.96 | 0.999 2 | 4.37 ～ 4 952.00 | 0.21 | 1.00 |

1.03％、1.10％、1.84％、0.87％、1.29％、1.65％、1.57％、1.95％、1.80％（$n$=6），表明供试品溶液室温放置 24 h 内，稳定性良好。

**2.3.6** 加样回收率试验

精密称取各成分含量已知的同一批样品（批号 211107）0.5 g，共 6 份，各置具塞锥形瓶中，精密加入与样品中各成分含量相等的相应对照品，按“**2.1**”项下方法平行制备供试品溶液。按“**2.2**”项下条件进样测定，计算得 **1** ～ **11** 的平均加样回收率分别为 97.64％、99.63％、104.10％、103.75％、101.54％、100.90％、101.43％、99.47％、101.12％、97.58％、101.41％（$n$=6），相应的 RSD 分别为 1.77％、1.50％、1.37％、2.25％、2.30％、2.29％、1.92％、2.77％、1.29％、2.56％、2.53％（$n$=6）。

**2.4** 样品含量测定

取 6 批样品，按“**2.1**”项下方法制备供试品溶液，分别进样测定并计算含量，结果如表 3 所示。

**2.5** 体内药效学评价

小鼠适应性饲养 7 d 后，随机分为正常组、模型组、裸花紫珠颗粒干预组（416 mg/kg）及成分组

**表 3　UPLC-MS/MS 测得 6 批裸花紫珠颗粒中 11 种成分的含量 /(mg·g$^{-1}$)**

Tab. 3　Contents of 11 Components in 6 Batches of *Luohua Zizhu* granules by UPLC-MS/MS/(mg·g$^{-1}$)

| 成分 | 批次 | | | | | | 平均含量 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 211107 | 210608 | 211217 | 211106 | 210803 | 211219 | |
| **1** | 0.044 | 0.046 | 0.035 | 0.030 | 0.049 | 0.032 | 0.039±0.007 |
| **2** | 0.607 | 0.583 | 0.577 | 0.597 | 0.490 | 0.550 | 0.567±0.036 |
| **3** | 0.551 | 0.518 | 0.567 | 0.552 | 0.507 | 0.612 | 0.551±0.032 |
| **4** | 0.021 | 0.027 | 0.021 | 0.026 | 0.022 | 0.019 | 0.023±0.003 |
| **5** | 0.837 | 0.980 | 0.918 | 1.050 | 0.698 | 1.189 | 0.945±0.144 |
| **6** | 0.023 | 0.014 | 0.019 | 0.017 | 0.018 | 0.020 | 0.019±0.003 |
| **7** | 0.289 | 0.276 | 0.283 | 0.297 | 0.279 | 0.324 | 0.291±0.015 |
| **8** | 3.247 | 3.356 | 3.827 | 3.008 | 4.072 | 3.027 | 3.559±0.371 |
| **9** | 2.488 | 2.064 | 1.280 | 1.563 | 1.608 | 2.526 | 1.922±0.438 |
| **10** | 0.018 | 0.016 | 0.012 | 0.011 | 0.014 | 0.009 | 0.013±0.003 |
| **11** | 0.099 | 0.093 | 0.056 | 0.065 | 0.066 | 0.045 | 0.071±0.018 |

合干预组（3.33 mg/kg），每组 8 只，其中裸花紫珠颗粒干预组作为阳性对照，小鼠给药剂量依据临床人用剂量（每天 2 740 mg，以浸膏计），按体表面积法折算。成分组合干预组为 11 种活性成分对照品的混合组合，参照“**2.4**”项下实测所得的裸花紫珠颗粒中各成分平均含量占比进行等比例配制。除正常组外，其余小鼠均自由饮用含 3.5%葡聚糖硫酸钠水溶液以建立急性结肠炎模型；造模期间成分组合干预组和裸花紫珠颗粒干预组小鼠分别按给药剂量灌胃给药，正常组和模型组小鼠给予等体积 0.5%羧甲基纤维素钠（每只 0.2 mL），持续 7 d。

所得结果采用 GraphPad Prism 9.5.1 软件进行统计分析，结果以 $\bar{x}\pm s$ 表示，采用单因素方差分析后进行 Tukey 事后检验。$P$<0.05 被认为具有统计学意义。

**2.5.1**　疾病活动指数（disease activity index，DAI）评分及结肠长度测定

试验期间，每天观察小鼠的一般情况，记录小鼠的体质量变化及粪便性状，按体质量下降分数、腹泻等级分数、便血分数 3 项指标独立进行评分并加和处理，计算 DAI 值[17]。试验结束后，眼球取血后处死小鼠，解剖、收集结肠样本，测量肛门至回盲段的长度。结果（表 4）表明，模型组小鼠的 DAI 值显著高于正常组（$P$<0.001），小鼠在试验后期出现体质量减轻、腹泻和便血现象。经裸花紫珠颗粒或成分组合干预后，以上症状均有所改善，体现为 DAI 值显著降低（$P$<0.05）。与正常组小鼠相比，模型组小鼠结肠显著缩短（$P$<0.001）。经裸花紫珠颗粒或成分组合干预后，小鼠结肠长度缩短的情况明显改善（$P$<0.01）。

**表 4　各组小鼠 DAI 评分及结肠长度比较（$\bar{x}\pm s$，$n$=8）**

Tab. 4　Effect on DAI Values and Colon Length in Mice ($\bar{x}\pm s$, $n$=8)

| 组别 | 干预前 DAI | 干预后 DAI | 结肠长度 /cm |
|---|---|---|---|
| 正常组 | 0 | 0.25±0.46 | 9.68±0.32 |
| 模型组 | 0 | 9.38±2.13[1)] | 5.64±0.83[1)] |
| 裸花紫珠颗粒干预组 | 0 | 5.63±1.69[2)] | 6.94±0.63[2)] |
| 成分组合干预组 | 0±0 | 7.50±1.19[3)] | 6.95±0.35[2)] |

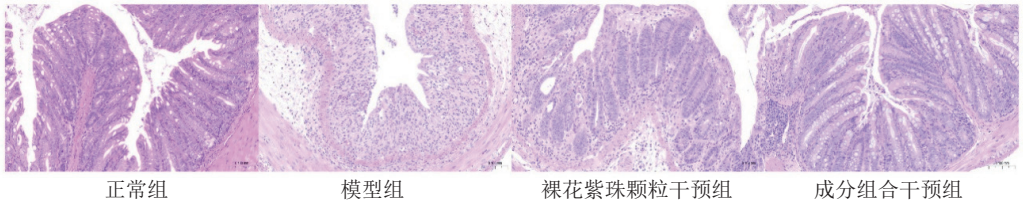
注：[1)] 与正常组比，$P$<0.001；[2)] 与模型组比，$P$<0.01；[3)] 与模型组比，$P$<0.05。

**2.5.2**　组织病理学分析

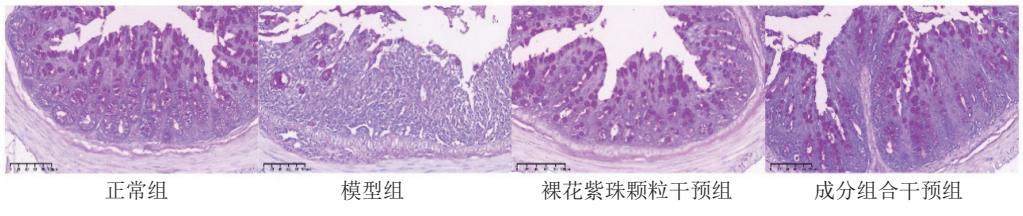
每只小鼠各取 1 cm 结肠组织，于 10%组织固定液中保存，送至武汉赛维尔生物科技有限公司进行包埋、切片及染色处理。光学显微镜下可见，经苏木精 - 伊红（HE）染色的模型组小鼠结肠切片中呈现出显著的病理特征，具体表现为黏膜及黏膜下层存在大量炎症细胞浸润（图 2）。当给予裸花紫珠颗粒或成分组合干预后，可明显观察到结肠黏膜水肿程度减轻，同时炎性细胞浸润情况亦明显好转。过碘酸希夫染色（periodic acid Schiff stain，PAS stain）结果显示，模型组中负责分泌黏液、维持肠黏膜屏障完整性的杯状细胞数量显著减少，经裸花紫珠颗粒或成分组合干预后，杯状细胞缺失的状况得到显著逆转，说明裸花紫珠颗粒和成分组合均对肠黏膜有保护作用。

**2.5.3**　结肠组织中炎症因子的测定

剪取合适大小的结肠组织，用预冷的 PBS（pH 7.4）清洗。将结肠组织与蛋白提取溶剂（T-PER$^{TM}$、PMSF 和 Cocktail 按体积比 100 ∶ 1 ∶ 1 混合，即得）按质量比 1 ∶ 10 混合，置高通量冷冻组织研磨器中，于 4 ℃、60 Hz 研磨 120 s，4 ℃离心（10 000×$g$）5 min，取上清液按 BCA 法蛋白定量试剂盒说明书测定蛋




A




B

A—HE 染色；B—PAS 染色。

**图 2　对小鼠结肠病理变化的影响**

Fig.2　The Effects on the Pathological Changes of the Colon

白浓度。蛋白液分装后于 －80 ℃保存，待用。结肠中 TNF-α、IL-10 及 IL-1β 的表达水平按 ELISA 试剂盒说明书进行定量分析，计算炎症细胞因子的浓度。

结果（表 6）表明，模型组结肠组织中有促炎作用的 TNF-α 和 IL-1β 表达水平较正常组显著升高（$P$<0.001），而经裸花紫珠颗粒或成分组合干预后，上述 2 种细胞因子的表达水平显著下降（$P$<0.05）。同时，模型组小鼠体内具有抑炎作用的 IL-10 表达水平较正常组显著降低（$P$<0.001），而经裸花紫珠颗粒或成分组合干预后，其表达水平显著升高（$P$<0.05）。

**表 6　对小鼠结肠组织中细胞因子水平的影响**

（$\bar{x}\pm s$，$n$=8）

Tab.6　The Effect on Cytokines in Colonic Tissues of Mice（$\bar{x}\pm s$, $n$=8）

| 组别 | TNF-α/(pg·mg$^{-1}$) | IL-1β/(pg·mg$^{-1}$) | IL-10/(pg·mg$^{-1}$) |
|---|---|---|---|
| 正常组 | 61.35±15.13 | 16.30±3.59 | 42.41±11.09 |
| 模型组 | 486.97±250.25[1)] | 40.16±5.16[1)] | 18.06±6.20[1)] |
| 裸花紫珠颗粒干预组 | 179.12±48.18[2)] | 24.79±5.48[3)] | 25.26±5.32[4)] |
| 成分组合干预组 | 244.48±115.16[4)] | 28.42±8.77[2)] | 25.90±6.87[4)] |

注：[1)] 与正常组比，$P$<0.001；[2)] 与模型组比，$P$<0.01；[3)] 与模型组比，$P$<0.001；[4)] 与模型组比，$P$<0.05。

## 3　讨论

本研究考察了不同提取溶剂（甲醇、70%甲醇水溶液、乙醇、70%乙醇水溶液）、不同提取方法（超声和加热回流）、不同提取体积（25、50、100 mL）和不同提取时间（30、60、90 min）对 11 种成分提取效果的影响。结果表明，在 70%甲醇水溶液 100 mL 超声处理 60 min 的条件下，11 个成分的提取效果较佳，能有效防止样品变质。相较于加热回流，超声处理的前处理方法更安全、方便。

对比不同流动相和不同柱温条件下色谱峰的数量及分离效果。结果表明，在 0.1%甲酸水溶液 - 0.1%甲酸乙腈溶液梯度洗脱、柱温 35 ℃的条件下，各成分分离完全且峰形较好。本试验还考察了 11 种成分在正负离子模式下的响应情况。采用正离子检测模式时，大部分成分没有出峰或响应过低；而在负离子模式下均有较强的响应，因此采用负离子模式进行定量测定。

本研究基于中药化学成分的整体性，按制剂中各成分含量的平均比例进行组合，以反映成分在整体中的真实状态，并进一步考察了该成分组合预防肠炎的效果。本研究首次以体内活性为导向，为裸花紫珠颗粒提供了新的质量控制方法。然而，本研究未考察该成分组合的作用机制，需进一步探索。

## 参考文献：


[1] 冯世秀, 张　旻, 易　博, 等. 裸花紫珠化学成分与药理活性研究进展[J]. 中草药, 2017, **48**(5): 1015-1126.

[2] 康兴东, 叶　阳. 裸花紫珠化学成分、药理活性及临床应用研究进展[J]. 特产研究, 2021, **43**(4): 95-101.

[3] YANG Y, LI Z, SHAO J, *et al*. *Callicarpa nudiflora* Hook. & Arn.: a comprehensive review of its phytochemistry and pharmacology [J]. *J Ethnopharmacol*, 2021, **264**: 113123.

[4] 陈倩倩, 邹献亮, 俞桂新. 裸花紫珠的化学成分研究[J]. 中草药, 2023, **54**(1): 15-28.

[5] 刘　沫, 欧阳丹薇, 康兴东, 等. 裸花紫珠颗粒抗溃疡性结肠炎活性部位的化学成分表征[J]. 中国医药工业杂志, 2026, **57**(3): 303-315.

[6] 汤　捷, 陈赛英, 杨　斌. 裸花紫珠颗粒联合莫西沙星治疗慢性盆腔炎的临床研究[J]. 现代药物与临床, 2025, **40**(4): 1014-1018.

[7] 鲍　军, 王　宇, 郭庆涛, 等. 裸花紫珠颗粒联合西咪替丁治疗上消化道出血的疗效观察[J]. 现代药物与临床, 2024, **39**(12): 3145-3149.

[8] SHI Y, WU C, CHEN Y, *et al*. Comparative analysis of three *Callicarpa* herbs using high performance liquid chromatography with diode array detector and electrospray ionization-trap mass spectrometry method [J]. *J Pharm Biomed Anal*, 2013, **75**: 239-247.

[9] 陈　娟, 胡　虹, 施　悦, 等. 高效液相色谱法同时测定海南裸花紫珠中6种抗炎活性成分的含量与质量评价[J]. 药学学报, 2024, **59**(5): 1408-1421.

[10] 刘荣霞, 果德安, 叶　敏, 等. 液质联用技术(LC/MS)在中药现代研究中的应用[J]. 世界科学技术, 2005, (5): 33-40.

[11] 李　丹, 李爱平, 李　科, 等. 液质联用技术在中药化学成分定性分析中的研究进展[J]. 药物评价研究, 2020, **43**(10): 2112-2119.

[12] 王　迪, 俞　佳, 詹　固, 等. 液质联用技术在中药研究中的应用进展[J]. 中华中医药学刊, 2022, **40**(2): 68-71.

[13] 何　琼, 李建栋. 炎症性肠病流行病学研究进展[J]. 实用医学杂志, 2019, **35**(18): 2962-2966.

[14] NONG K, QIN X, LIU Z, *et al*. Potential effects and mechanism of flavonoids extract of *Callicarpa nudiflora* Hook on DSS-induced colitis in mice [J]. *Phytomedicine*, 2024, **128**: 155523.

[15] QIN X, NONG K, LIU Z, *et al*. Regulation of the intestinal flora using polysaccharides from *Callicarpa nudiflora* Hook to alleviate ulcerative colitis and the molecular mechanisms involved [J]. *Int J Biol Macromol*, 2024, **258**: 128887.

[16] PENG L, HUA Y, FANG L, *et al*. Bioactive equivalence of combinatorial components identified in screening of an herbal medicine [J]. *Pharm Res*, 2014, **31**(7): 1788.

[17] 胡静怡. 基于胆汁酸菌群宿主共代谢研究清肠化湿方治疗溃疡性结肠炎作用机制[D]. 南京: 南京中医药大学博士学位论文, 2020.