

# 基于超高效液相色谱技术的石菖蒲与常见伪品鉴别方法研究

邓香华<sup>1,2</sup>, 孙冬梅<sup>2</sup>, 谭晓梅<sup>1</sup>, 贾小舟<sup>2</sup>, 罗穆祥<sup>1,2</sup>, 夏天睿<sup>2</sup>, 李国卫<sup>2</sup>, 陈向东<sup>2</sup>

(1. 南方医科大学中医药学院, 广东省中药制剂重点实验室, 广东 广州 510515;

2. 广东一方制药有限公司, 广东省中药配方颗粒企业重点实验室, 广东 佛山 528244)

**摘要:**目的 采用超高效液相色谱(UPLC)技术建立石菖蒲与常见伪品的鉴别方法,为石菖蒲药材的质量评价和控制提供参考。方法 采用 Waters CORTECS T3(2.1 mm×150 mm,1.6 μm)色谱柱;将甲醇:乙腈=1:1(A)-水(B)溶液作为流动相,梯度洗脱;流速为0.2 mL/min;柱温设置在40℃;在275 nm波长处检测,进样体积3 μL,建立UPLC特征图谱,对石菖蒲药材与常见伪品进行鉴别。结果 实验建立的UPLC特征图谱确定了石菖蒲4个共有峰并指认其中1个峰,石菖蒲样品间相似度在0.892~0.996。结论 建立的特征图谱方法简便可靠,精密度、重复性良好,可以直观地判断石菖蒲药材的真伪,为石菖蒲药材质量控制、真伪鉴别提供具有专属性的方法,有效提高石菖蒲相关产品用药安全。

**关键词:**石菖蒲;水(藏)菖蒲;茴香(金钱)菖蒲;九节菖蒲;岩白菜;UPLC;鉴别

**中图分类号:**R285.5

**文献标志码:**A

**文章编号:**1673-7717(2025)12-0162-08

## Research on Identification Method of Shicangpu(*Acori Tatarinowii* Rhizoma) and Common Counterfeits Based on Ultra-High Performance Liquid Chromatography

DENG Xianghua<sup>1,2</sup>, SUN Dongmei<sup>2</sup>, TAN Xiaomei<sup>1</sup>, JIA Xiaozhou<sup>2</sup>, LUO Muxiang<sup>1,2</sup>, XIA Tianrui<sup>2</sup>, LI Guowei<sup>2</sup>, CHEN Xiangdong<sup>2</sup>

(1. College of Traditional Chinese Medicine, Southern Medical University/

Guangdong Provincial Key Laboratory of Traditional Chinese Medicine Preparations, Guangzhou 510515, Guangdong, China;

2. Guangdong Yifang Pharmaceutical Co., Ltd/Guangdong Provincial Key Laboratory of Traditional Chinese Medicine Formula, Foshan 528244, Guangdong, China)

**Abstract:** *Objective* To establish a method for identifying Shicangpu (*Acori Tatarinowii* Rhizoma) (ATR) from common counterfeits by ultra performance liquid chromatography (UPLC) technology, and to provide reference for quality evaluation and control of ATR. *Methods* Waters CORTECS T3 column (2.1 mm×150 mm, 1.6 μm) was used. Methanol: acetonitrile 1:1 (A) - water (B) solution was used as mobile phase and gradient elution was performed. The flow rate was 0.2 mL/min. The column temperature was 40℃. The detection wavelength was 275 nm and the sample volume was 3 μL. The UPLC characteristic map was established to identify ATR from common counterfeits. *Results* The UPLC characteristic map identified 4 common peaks of ATR and identified 1 of them. The similarity among samples was 0.892~0.996. *Conclusion* The established method of characteristic map is simple, reliable, accurate and repeatable, which can identify the authenticity of ATR directly, provide a specific method for the quality control and authenticity identification of ATR, and effectively improve the drug safety of related products.

**Keywords:** Shichangpu (*Acori Tatarinowii* Schott); Shuicangpu (*Acorus calamus* L.); Huixiang Changpu (*Acorus gramineus* Soland); Jiujie Changpu (*Anemone altaica* Fisch); Yanbaicai [*Bergenia purpurascens* (Hook. f. et Thoms.) Engl.]; UPLC; identification

**基金项目:**国家工信部产业技术基础公共服务平台项目(2022-230-221);佛山市南海区重点领域科技攻关专项(南科[2023]20号-18)

**作者简介:**邓香华(1997-),女,广东茂名,硕士,研究方向:中药饮片及中药配方颗粒。

**通讯作者:**谭晓梅(1963-),女,湖南澧县人,研究员,博士研究生导师,博士,研究方向:中药新制剂及中药复方配伍规律。E-mail:txm@smu.edu.cn。

陈向东(1975-),男,广东梅州人,教授,硕士研究生导师,硕士,研究方向:中药饮片及中药配方颗粒。E-mail:chenxd66@126.com。

石菖蒲来源于天南星科植物石菖蒲 *Acorus tatarinowii* Schott 的干燥根茎,自1963年起被历版《中华人民共和国药典》记载至今。味辛、苦,性温。归心、胃经。具有开窍豁痰、醒神益智、化湿开胃功效,可用于治疗神昏癫痫、健忘失眠、耳鸣耳聋、脘痞不饥、噤口下痢等病症<sup>[1]</sup>。现代研究认为石菖蒲具有广泛的药理作用,包括保护神经细胞、减轻学习和记忆障碍<sup>[2-3]</sup>,调节神经递质及受体、调控凋亡因子<sup>[4-5]</sup>,抗缺血、抗心肌缺血、抗心律失常<sup>[6]</sup>、抗肿瘤<sup>[7]</sup>、抗菌和抗氧化活性等<sup>[8]</sup>。目前,石菖蒲广泛应用于中枢神经系统、心血管系统、胃肠消化系统、呼吸系统,并可用于治疗癫痫、抑郁症、失忆症、意识障碍、焦虑、失眠、失语、耳鸣、癌症、痴呆、中风、皮肤病等复杂疾

病<sup>[3,9]</sup>。汉代《神农本草经》最早将菖蒲作为药材记载其中,但由于时代久远,种类繁多、分布区域广泛、早期记载不全面等原因,导致历史上石菖蒲存在名称混乱、基原偏差、功效描述杂糅混乱等现象<sup>[10]</sup>。石菖蒲与伪品来源、性状<sup>[11]</sup>、化学成分不相同<sup>[12]</sup>,药理活性<sup>[13-14]</sup>也各有侧重,故不可将伪品混用,或以伪品替代石菖蒲使用。虽然2020版《中华人民共和国药典》已对石菖蒲基原做了唯一规定,但在长期的实际应用中,市场上出现水菖蒲(又称藏菖蒲)*Acorus calamus* L.、茴香菖蒲(又称金钱菖蒲)*Acorus gramineus* Soland、九节菖蒲*Anemone altaica* Fisch、岩白菜*Bergenia purpurascens*(Hook. f. et Thoms.) Engl.等伪品作为石菖蒲销售使用的情况<sup>[15-17]</sup>。

在石菖蒲鉴别与检测方法发展过程中,先后经历过早期对其进行简单的形状、气味、颜色等性状鉴别、显微鉴别、理化、光谱鉴别<sup>[11,18-21]</sup>,再到近期的色谱-质谱联用分析<sup>[12,22]</sup>、脱氧核糖核酸(DNA)分子鉴定<sup>[23-25]</sup>等,其鉴别方法逐渐丰富和多样化,鉴别效果也得到了一定提升,但仍存在一些需要解决的问题,如石菖蒲伪品种类较多,虽然对石菖蒲真伪鉴别研究起步较早,但性状鉴别、显微和理化鉴别等传统检测方法不能准确地区分伪品,液质/气质联用以及DNA分子鉴定等鉴别方法虽能更准确,但不能同时鉴别市场上的多种伪品<sup>[26]</sup>,且不够方便快捷。

液相色谱是目前最常用的分析手段之一,液相色谱仪在各大实验室配备相对充分,本文采用超高效液相色谱(UPLC)技术建立石菖蒲真伪鉴别的有效方法,以期为进一步提升和完善石菖蒲质量控制标准、保障石菖蒲临床用药安全提供参考,并为石菖蒲真伪鉴别的后续研究工作奠定基础。

## 1 仪器与材料

### 1.1 仪器

ME204E型万分之一分析天平和XPR36型百万分之一分析天平由瑞士梅特勒-托利多公司提供;TC-15套式恒温器产自海宁新华;RE-3000型旋转蒸发仪由上海亚荣生化仪器提供;Waters H-class型超高效液相色谱仪由美国Waters公司提供。

### 1.2 材料

实验用 $\beta$ -细辛醚对照品(批号:112018-201601,中国食品药品检定研究院);甲醇和乙腈(HPLC,默克公司);磷酸和甲酸(HPLC,天津市科密欧化学试剂有限公司);冰醋酸(HPLC,西陇科学);石油醚60~90℃(AR,天津市永大化学试剂有限公司);水为超纯水;其余试剂均为分析纯。实验用石菖蒲药材经广东一方制药有限公司夏天睿副高级主任药师鉴定为石菖蒲*Acorus tatarinowii* Schott,伪品鉴定为茴香菖蒲*Acorus gramineus* Soland、水菖蒲*Acorus calamus* L.、九节菖蒲*Anemone altaica* Fisch、岩白菜*Bergenia purpurascens*(Hook. f. et Thoms.) Engl.,来源信息见表1。

## 2 方法与结果

### 2.1 对照品溶液的制备

取适量对照品 $\beta$ -细辛醚,精密称定,以甲醇为溶剂,制成每1 mL含有 $\beta$ -细辛醚50  $\mu$ g的对照品溶液,以便构建特征图谱。

### 2.2 供试品溶液的制备

分别精密称定石菖蒲与伪品药材粉末(过3号筛)约1 g,

置于具塞锥形瓶中,再加水20 mL,并将锥形瓶置于电热套中加热回流60 min,待放冷后,以4000 r/min的速率离心10 min,取上清液,置分液漏斗中,用石油醚萃取3次,每次20 mL,合并石油醚溶液,减压回收溶液至干,残渣加70%甲醇使溶解,转移至5 mL量瓶中,加70%甲醇至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

表1 样品来源信息

样品名称	批号	产地	样品名称	批号	产地	
石菖蒲	ATR-1	江西省	石菖蒲	ATR-18	江西省	
	ATR-2	湖北省		ATR-19	江西省	
	ATR-3	安徽省		ATR-20	安徽省	
	ATR-4	安徽省		茴香菖蒲	AGR-1	贵州省
	ATR-5	安徽省			AGR-2	贵州省
	ATR-6	安徽省			AGR-3	贵州省
	ATR-7	安徽省		AGR-4	贵州省	
	ATR-8	安徽省		水菖蒲	ACR-1	山东省
	ATR-9	安徽省			ACR-2	湖南省
	ATR-10	安徽省			ACR-3	湖北省
ATR-11	安徽省	九节菖蒲	AAR-1	广西		
ATR-12	四川省		AAR-2	甘肃省		
ATR-13	四川省		AAR-3	陕西省		
ATR-14	四川省		AAR-4	甘肃省		
ATR-15	江西省	岩白菜	BPR-1	云南省		
ATR-16	江西省		BPR-2	安徽省		
ATR-17	江西省		BPR-3	云南省		

### 2.3 色谱条件

使用Waters CORTECS T3(150 mm  $\times$  2.1 mm, 1.6  $\mu$ m)色谱柱;以甲醇:乙腈=1:1作为流动相A,以水作为流动相B,进行梯度洗脱(0~5 min, 10%~34% A; 5~13 min, 34%~35% A; 13~13.5 min, 35%~50% A; 13.5~20 min, 50%~62% A; 20~25 min, 62%~90% A; 25~26 min, 90%~10% A; 26~30 min, 10%~10% A);流速为0.2 mL/min;柱温为40℃;检测波长为275 nm;进样量3  $\mu$ L。

### 2.4 方法学考察

2.4.1 专属性与参比峰选择 分别取70%甲醇空白溶剂、 $\beta$ -细辛醚对照品溶液以及石菖蒲供试品溶液,按照“2.3”项下色谱条件进样检测,检测得到色谱图见图1,3号峰为 $\beta$ -细辛醚,选定为参照峰S。专属性结果见表2,专属性考察表明各峰之间分离良好,无溶剂干扰。

2.4.2 精密度的考察 实验人员1精密称取石菖蒲供试品一份,按“2.2”项下方法制备供试品溶液,按“2.3”项下色谱条件重复进样6次,计算得到 $\beta$ -细辛醚峰面积的RSD为0.82%,选定其作为参照峰(S),计算得到各共有峰的相对保留时间RSD为0.01%~0.08%、相对峰面积RSD为0.06%~0.27%,表明仪器精密度的良好。

2.4.3 重复性的考察 精密称取同一批石菖蒲供试品6份,按“2.2”项下方法制备供试品溶液,并按“2.3”项下色谱条件进样测定,计算得到参照峰 $\beta$ -细辛醚峰面积的RSD为0.82%,各共有峰的相对保留时间RSD为0.01%~0.10%、相对峰面积RSD为0.71%~2.79%,表明方法的重复性良好。

2.4.4 中间精密度的考察 实验人员2精密称取石菖蒲供试品一份,按“2.2”项下方法制备供试品溶液,按“2.3”项下色谱条件

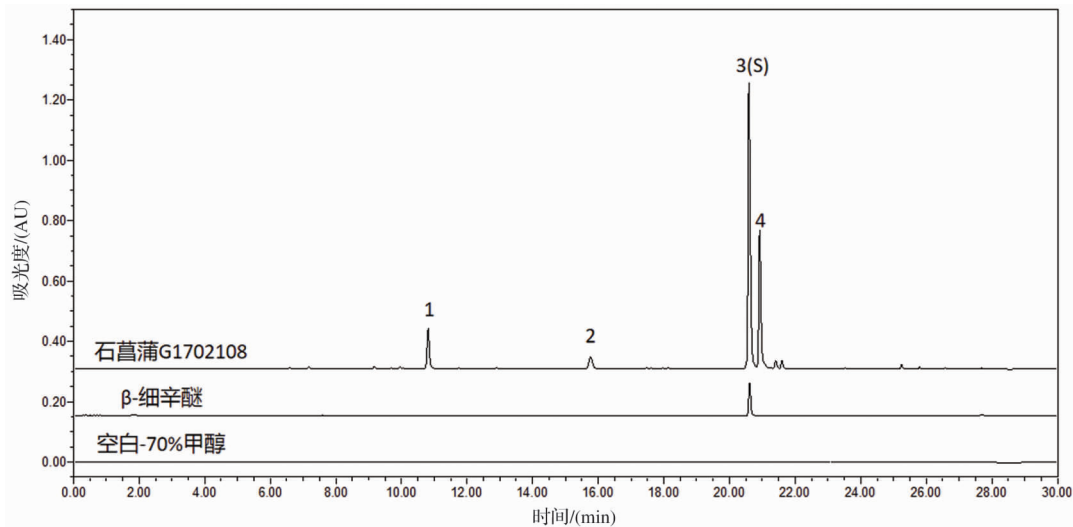


图1 专属性图谱

表2 专属性结果

序号	名称	保留时间/ (min)	面积/ (mAU · min)	分离度	理论塔板数
1	峰1	10.812	668 634	-	119 905
2	峰2	15.767	312 520	30.134	92 115
3	峰3(β-细辛醚)	20.591	4 523 494	29.466	437 796
4	峰4	20.921	2 089 199	2.779	512 415

在另一台同型号仪器重复进样6次,计算2.4.2项下实验人员1所测得参照峰β-细辛醚峰面积与实验人员2所测得β-细辛醚峰面积的RSD为1.93%,计算得到各共有峰的相对保留时间RSD为0.02%~1.23%、相对峰面积的RSD为1.74%~3.32%,表明中间精密度良好。

2.4.5 样品稳定性 分别于0、2、4、6、8、10、12、18、24 h,精密吸取石菖蒲供试品溶液按照“2.3”项下规定的色谱条件进行进样测定,计算得到参照峰β-细辛醚峰面积的RSD为0.20%,计算得到各共有峰的相对保留时间的RSD为0.01%~0.24%、相对峰面积的RSD为0.03%~0.47%,实验结果表明本方法所制得的供试品溶液在24 h内非常稳定。

2.4.6 耐用性 (1)不同柱温、流速、进样量考察:考察不同柱温(35、40、45℃),不同流速(0.18、0.20、0.22 mL/min),不同进样量(1、2、3 μL)等条件改变对该方法的影响,除改变考察条件外,按照“2.3”项下色谱条件进样测定,以β-细辛醚为参照峰(S),计算得到在不同柱温、流速、进样量条件下,各共有峰的相对保留时间RSD分别为0.01%~1.39%、0.01%~3.34%、0.03%~0.14%;各共有峰的相对峰面积RSD分别为0.17%~2.43%、0.48%~2.09%、0.25%~1.28%;表明此法耐用性较好,可在条件微小变动情况下稳定出峰。(2)不同色谱柱考察:本实验对3根同型号Waters CORTECS T3(2.1 mm × 150 mm,1.6 μm)色谱柱进行考察,按照“2.3”项下色谱条件进样测定,计算得到参照峰β-细辛醚峰面积的RSD为0.87%,计算得到各共有峰的相对保留时间RSD为0.01%~0.21%、各共有峰的相对峰面积的RSD为0.19%~0.62%,实验结果表明色谱柱耐用性良好。

2.5 样品检测

分别取20批石菖蒲、4批茴香菖蒲、3批水菖蒲、4批九节

菖蒲、3批岩白菜,按“2.2”项下方法制备样品溶液,按“2.3”项下色谱条件进样测定并记录色谱图,色谱图数据导入“中药色谱指纹图谱相似度评价系统(2012版)”生成对照图谱,结果见插页XXX图2-图4、插页XXX图5-图6;石菖蒲与伪品图谱对比见图7。石菖蒲药材确定4个共有峰,茴香菖蒲和水菖蒲各确定6个共有峰,九节菖蒲和岩白菜各确定1个共有峰。其中,5、6号色谱峰为茴香菖蒲的特征峰,7、8号色谱峰为水菖蒲的特征峰,9号色谱峰为九节菖蒲和岩白菜的特征峰,此法可作为石菖蒲药材与伪品鉴别的有效方法。通过与对照品比对,指认了3号色谱峰为β-细辛醚,并以其作为参照峰S,所有批次石菖蒲及伪品的各共有峰保留时间或相对保留时间RSD均小于0.5%,各共有峰峰面积或相对峰面积结果见表3-表6。相似度评价结果见表7。石菖蒲样品特征图谱相似度在0.892~0.996,伪品样品各自的特征图谱相似度在0.938以上。

表3 石菖蒲药材特征图谱共有峰相对峰面积

石菖蒲样品	峰1	峰2	峰3(β-细辛醚)	峰4
ATR-1	0.084	0.015	1.000	0.038
ATR-2	0.113	0.019	1.000	0.044
ATR-3	0.070	0.055	1.000	0.257
ATR-4	0.232	0.405	1.000	0.595
ATR-5	0.067	0.027	1.000	0.214
ATR-6	0.080	0.016	1.000	0.055
ATR-7	0.039	0.011	1.000	0.119
ATR-8	0.166	0.020	1.000	0.024
ATR-9	0.093	0.010	1.000	0.080
ATR-10	0.153	0.022	1.000	0.048
ATR-11	0.046	0.060	1.000	0.270
ATR-12	0.098	0.170	1.000	0.284
ATR-13	0.196	0.165	1.000	0.342
ATR-14	0.274	0.048	1.000	0.052
ATR-15	0.380	0.056	1.000	0.033
ATR-16	0.597	0.090	1.000	0.027
ATR-17	0.212	0.037	1.000	0.049
ATR-18	0.151	0.074	1.000	0.460
ATR-19	0.258	0.063	1.000	0.040
ATR-20	0.336	0.103	1.000	0.104

表4 茴香菖蒲药材特征图谱共有峰相对峰面积

茴香菖蒲样品	峰1	峰5	峰6	峰2	峰3(β-细辛醚)	峰4
AGR-1	0.231	1.145	0.323	0.239	1.000	0.012
AGR-2	0.110	0.357	0.062	0.109	1.000	0.023
AGR-3	0.131	0.549	0.157	0.116	1.000	0.018
AGR-4	0.146	0.438	0.074	0.137	1.000	0.034

表5 水菖蒲药材特征图谱共有峰相对峰面积

水菖蒲	峰1	峰2	峰7	峰8	峰3(β-细辛醚)	峰4
ACR-1	0.186	0.038	0.044	0.045	1.000	0.076
ACR-2	0.122	0.014	0.022	0.027	1.000	0.075
ACR-3	0.277	0.047	0.052	0.043	1.000	0.112

表6 九节菖蒲与岩白菜药材特征图谱共有峰峰面积

单位: mAU · min			
样品名称	峰9-峰面积	样品名称	峰9-峰面积
AAR-1	13 925	BPR-1	26 844
AAR-2	30 789	BPR-2	39 824
AAR-3	21 690	BPR-3	21 899
AAR-4	23 730	-	-

3 讨论

3.1 供试品溶液制备方法的考察

分别考察了不同加水量、不同煎煮时间、不同萃取次数、不同萃取体积、不同浓度甲醇作为复溶溶剂等条件,进行供试品溶液制备,进样检测并进行数据分析,数据结果见表8。最终结合“总峰面积与称样量比值”及“峰3面积百分比”选择制样条件,因石菖蒲中主要成分是峰3(β-细辛醚),考虑到色谱图呈现的稳定性、直观性,应选择总峰面积与称样量比值较大、峰3面积百分比小的制样条件,综合能源、时间成本、经济效益等因素,确定最终样品制备条件见“2.2”项下供试品溶液的制备。当以萃取溶剂石油醚对石菖蒲水煎液进行萃取时,每次萃取量为20 mL石油醚较适宜,而当石油醚体积为10 mL时,进行轻微的振荡即产生严重乳化现象,需要进行长时间加热才能

表8 样品制备条件考察结果

样品名称	峰面积/(mAU · min)				总峰面积/(mAU · min)	称样量/(g)	总峰面积/称样量	峰3面积百分比/(%)
	峰1	峰2	峰3(S)	峰4				
加水 10 mL	155 313	99 578	799 779	332 042	1 386 712	1.011 0	1 371 624	57.67
加水 20 mL	407 802	319 869	4 357 219	1 999 089	7 083 979	1.009 4	7 018 010	61.51
加水 30 mL	502 863	417 310	7 118 316	3 082 073	11 120 562	1.001 3	11 106 124	64.01
煎煮 15 min	348 721	303 694	2 690 435	917 525	4 260 375	1.015 6	4 194 934	63.15
煎煮 30 min	389 289	318 616	4 793 534	2 194 807	7 696 246	1.015 8	7 576 537	62.28
煎煮 60 min	407 802	319 869	4 357 219	1 999 089	7 083 979	1.009 4	7 018 010	61.51
煎煮 90 min	339 344	279 212	2 578 020	1 047 399	4 243 975	1.013 5	4 187 444	60.75
萃取 2 次	337 657	299 710	4 505 040	2 149 548	7 291 955	1.008 7	7 229 062	61.78
萃取 3 次	407 802	319 869	4 357 219	1 999 089	7 083 979	1.009 4	7 018 010	61.51
萃取 4 次	237 191	182 028	2 899 887	1 394 819	4 713 925	1.009 5	4 669 564	61.52
萃取体积 10 mL	338 155	293 990	3 779 864	1 707 478	6 119 487	1.016 5	6 020 154	61.77
萃取体积 20 mL	407 802	319 869	4 357 219	1 999 089	7 083 979	1.009 4	7 018 010	61.51
萃取体积 30 mL	409 986	285 083	2 631 425	1 091 798	4 418 292	1.009 9	4 374 980	59.56
0% 甲醇复溶	529 531	209 102	2 710 668	1 214 165	4 663 466	1.001 0	4 658 807	58.13
30% 甲醇复溶	518 431	142 455	4 687 724	2 020 180	7 368 790	1.000 9	7 362 164	63.62
50% 甲醇复溶	714 081	256 662	4 469 573	1 717 561	7 157 877	1.004 4	7 126 520	62.44
70% 甲醇复溶	407 698	321 809	4 355 719	2 000 098	7 085 324	1.009 4	7 019 342	61.48
100% 甲醇复溶	792 577	287 790	5 978 391	2 586 661	9 645 419	1.006 3	9 585 033	61.98

使乳化分层,体积为20 mL石油醚萃取水煎液时体积比近似1:1,既不会轻易乳化,也能使两相更充分接触,因此萃取体积确定为20 mL。

表7 石菖蒲、茴香菖蒲、水菖蒲、九节菖蒲、岩白菜药材特征图谱相似度评价结果

样品名称	相似度	样品名称	相似度
ATR-1	0.985	ATR-18	0.986
ATR-2	0.994	ATR-19	0.991
ATR-3	0.965	ATR-20	0.978
ATR-4	0.909	AGR-1	0.938
ATR-5	0.991	AGR-2	0.986
ATR-6	0.995	AGR-3	1.000
ATR-7	0.993	AGR-4	0.995
ATR-8	0.963	ACR-1	0.994
ATR-9	0.996	ACR-2	1.000
ATR-10	0.978	ACR-3	0.999
ATR-11	0.892	AAR-1	1.000
ATR-12	0.992	AAR-2	1.000
ATR-13	0.986	AAR-3	1.000
ATR-14	0.993	AAR-4	1.000
ATR-15	0.990	BPR-1	1.000
ATR-16	0.994	BPR-2	1.000
ATR-17	0.996	BPR-3	1.000

3.2 超高效液相色谱流动相条件考察

3.2.1 流动相A的考察 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(柱长为150 mm,内径为2.1 mm,粒径为1.6 μm);以不同的有机溶剂为流动相A,以水为流动相B,其余条件按2.3项下规定分别进行梯度洗脱;流动相A的种类包括:纯甲醇、甲醇:乙腈=3:1、甲醇:乙腈=2:1、甲醇:乙腈=1:1、甲醇:乙腈=1:2、甲醇:乙腈=1:3、纯乙腈。

不同种类流动相A的色谱检测的对比结果如图8,根据图8,甲醇比例越高,峰3与峰4分离度越大,但是甲醇的比例过高,导致峰2的峰型变差,因此,选择甲醇:乙腈=1:1为流动

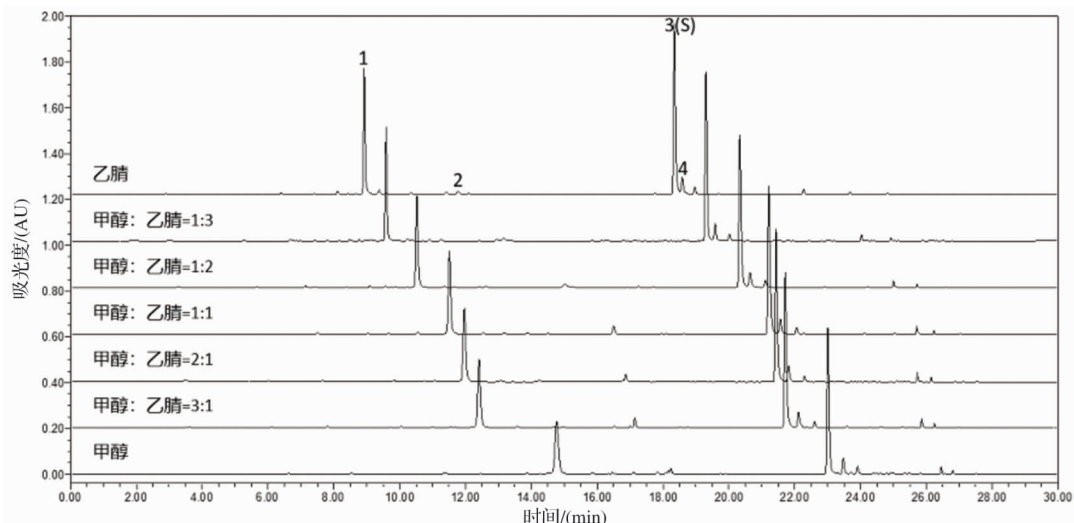


图8 不同有机相考察

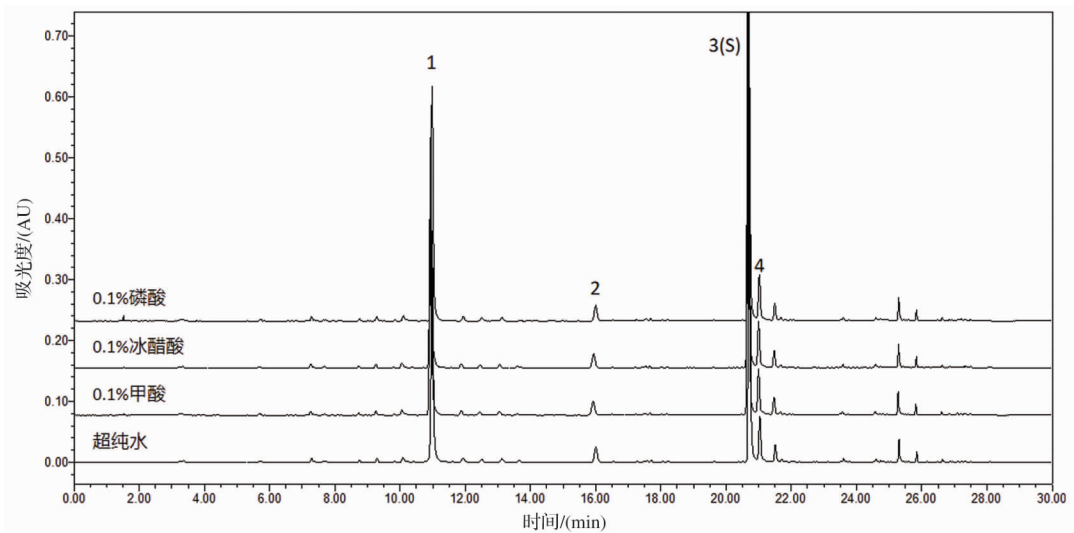


图9 不同类型酸作为水相考察

相A,峰2峰型较好且出峰较稳定。

**3.2.2 流动相B的考察** 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(柱长为150 mm,内径为2.1 mm,粒径为1.6 μm);以甲醇:乙腈=1:1为流动相A,以不同的水溶液为流动相B,其余条件按2.3项下规定分别进行梯度洗脱;流动相B的种类包括0.1%磷酸、0.1%甲酸、0.1%冰醋酸、超纯水。

不同种类流动相B的色谱检测的对比结果如图9,根据图9,流动相B的种类对特征图谱影响不大,从成本节省和便于操作的角度考虑,选择超纯水作为水相。

### 3.3 特征图谱测定结果讨论

本方法建立的石菖蒲真伪鉴别特征图谱可以快速便捷区分石菖蒲与伪品茴香菖蒲、水菖蒲、九节菖蒲及岩白菜,本法建立的20批石菖蒲样品特征图谱相似度在0.892以上,不同批次之间共有峰峰面积存在差异,石菖蒲的主要有效成分是挥发油类,容易在加工干燥过程中造成不同程度损失,因此共有峰之间差异可能是石菖蒲不同产地、加工保存方式不同等因素导致的。

综上,本实验建立的石菖蒲真伪鉴别特征图谱方法简便、快速、稳定,可用于石菖蒲与常见伪品茴香菖蒲、水菖蒲、九节

菖蒲及岩白菜的区分,对于控制石菖蒲药材的质量具有一定的参考意义。

### 参考文献

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典:一部[S]. 北京:中国医药科技出版社,2020.
- [2] 卢成淑,冯宁,南国,等. 石菖蒲及其活性成分防治阿尔茨海默病的研究进展[J]. 中草药,2016,47(7): 1236-1242.
- [3] WEN J X, YANG Y, HAO J J. *Acori Tatarinowii* Rhizoma: a comprehensive review of its chemical composition, pharmacology, pharmacokinetics and toxicity[J]. Front Pharmacol,2023,14: 1090526.
- [4] 杨悦,谢文婷,魏涛华,等. 中药石菖蒲防治阿尔茨海默病研究进展[J]. 辽宁中医药大学学报,2021,23(9): 168-172.
- [5] 陈灼,王豆,李涛,等. 石菖蒲抗癫痫的药理机制研究进展[J]. 中国实验方剂学杂志,2022,28(18): 261-268.
- [6] 唐梅玲,卢健棋,庞延,等. 石菖蒲及其化学成分防治心血管病的研究进展[J]. 时珍国医国药,2020,31(4): 926-928.
- [7] TAO H Y, DING X L, WU J, et al. β-asarone increases chemosensitivity by inhibiting tumor glycolysis in gastric cancer[J]. Evid Based Complement Alternat Med,2020,2020: 6981520.
- [8] 李冀,李想,高彦宇,等. 中药石菖蒲研究进展[J]. 辽宁中医药大学学报,2019,21(10): 13-17.

# 醋柴胡及其不同提取部位对 OCT2、MRP2 高表达细胞摄取顺铂的影响及作用机制分析

冯丽敏<sup>1</sup>,张娴<sup>2</sup>,赵瑞芝<sup>1,2</sup>

(1. 广州中医药大学第二附属医院省部共建中医湿证国家重点实验室,广东 广州 510006;2. 广东省中医院,广东 广州 510006)

**摘要:**目的 考察醋柴胡及其不同提取部位对有机阳离子转运蛋白 2(OCT) 高表达细胞 hOCT2-HEK293 和多药耐药相关蛋白 2(MRP2) 高表达细胞 hMRP2-HEK293 摄取顺铂的影响,并初步探讨其机制;为临床使用醋柴胡辅助逆转肿瘤细胞中顺铂多药耐药作用机制探讨提供数据支撑。方法 hOCT2-HEK293 和 hMRP2-HEK293 细胞与醋柴胡及其不同部位共孵育 24 h,后加入顺铂(DDP)继续孵育 4 h,HPLC 法分别测定两种细胞内顺铂含量;另以 Western Blot 法及实时定量 PCR 法(RT-PCR)分别测定两种细胞中的有机阳离子转运蛋白(OCT2)、多药耐药相关蛋白 2(MRP2) 蛋白和基因表达。结果 在 hOCT2-HEK293 细胞中,醋柴胡总提液、多糖部位及小分子水溶性部位可显著促进顺铂的摄取,且均促进 OCT2 的蛋白和基因表达;而在 hMRP2-HEK293 细胞中,醋柴胡总提液、多糖部位及小分子水溶性部位也显著促进顺铂的摄取,但仅有总提液能显著降低 MRP2 蛋白的表达。结论 在肿瘤细胞中,醋柴胡逆转抗肿瘤药物的多药耐药性可能与多糖部位和小分子水溶性部位上调 OCT2 蛋白及 mRNA 表达或与醋柴胡总提液下调 MRP2 蛋白表达有关;初步推测影响 OCT2 和 MRP2 功能是醋柴胡引经增效的作用机制之一。

**关键词:**醋柴胡;顺铂;OCT2;MRP2;多药耐药;引经增效

中图分类号:R285.5

文献标志码:A

文章编号:1673-7717(2025)12-0167-05

## Effect of Vinegar-processed Chaihu(Radix Bupleuri) and Its Extracts on OCT2 and MRP2 Over-Expression Cells and Its Mechanism

FENG Limin<sup>1</sup>,ZHANG Xian<sup>2</sup>,ZHAO Ruizhi<sup>1,2</sup>

**基金项目:**国家自然科学基金项目(81073063,81573612,82173931)

**作者简介:**冯丽敏(1987-),女,广东云浮人,助理研究员,研究方向:中药作用机制。

**通讯作者:**赵瑞芝(1968-),女,陕西西平人,研究员,博士研究生导师,研究方向:中药药性理论。E-mail:13610241754@163.com。

- [9] 郭美彤,赵佳奇,韩诚,等. 石菖蒲药效物质基础和作用机制研究进展[J]. 中药药理与临床,2019,35(2): 179-184.
- [10] 吴佳莹,吴威,杜佳蓉,等. 石菖蒲本草考证[J]. 辽宁中医药大学学报,2022,24(5): 148-156.
- [11] 骆航,黄仕芳,孙兴力,等. 4种菖蒲属植物的生药学鉴别研究[J]. 山西中医药大学学报,2022,23(1): 25-30,35.
- [12] 曾晓艳,李芳,谭朝阳,等. 石菖蒲和茵香菖蒲的生药学及 GC-MS 比较分析研究[J]. 时珍国医国药,2021,32(10): 2432-2436.
- [13] 李娟,刘清茹,肖兰,等. 湖南产石菖蒲和水菖蒲挥发油成分分析和抑菌活性检测[J]. 中成药,2015,37(12): 2778-2782.
- [14] 朱平,刘效栓,王红丽,等. 三种菖蒲的比较研究进展[J]. 中国民族民间医药,2021,30(2): 59-62.
- [15] 易春,艾伟霞. 浅谈石菖蒲、水菖蒲、九节菖蒲的鉴别[J]. 北方药学,2012,9(8): 104.
- [16] 孙传伯,李道远,刘枫,等. 藏菖蒲药材的特异性 PCR 鉴别[J]. 时珍国医国药,2021,32(4): 886-890.
- [17] 翁倩倩,赵佳琛,张悦,等. 经典名方中石菖蒲药材的考证[J]. 中国中药杂志,2019,44(23): 5256-5261.
- [18] 崔国静,徐亚,贺蕾. 石菖蒲与水菖蒲的鉴别[J]. 首都医药,2011,18(9): 46.
- [19] 陈佳妮. 民间药随手香的生药学研究[D]. 成都: 成都中医药大学,2012.
- [20] 王雪萍,赵翔,荆淑芹,等. 石菖蒲与水菖蒲的鉴别研究[J]. 中国民族民间医药,2016,25(12): 17-18,21.
- [21] 李欢欢,陈龙梗,王元媛,等. 不同产地、不同部位的石菖蒲与伪品水菖蒲的红外光谱鉴别研究[J]. 化学世界,2017,58(3): 159-164.
- [22] 马莎莎. 石菖蒲的化学指纹图谱及易混滑品化学成分比较研究[D]. 昆明: 昆明理工大学,2018.
- [23] LAM K Y, KU C F, WANG H Y, et al. Authentication of *Acori Tatarinowii* Rhizoma (*Shi Chang Pu*) and its adulterants by morphological distinction, chemical composition and ITS sequencing[J]. Chin Med, 2016, 11: 41.
- [24] 蔡铁全,王文斌,程华春,等. RNaseH 依赖性 PCR 扩增结合熔解曲线法鉴别石菖蒲与藏菖蒲掺杂[J]. 医药导报,2023,42(3): 328-333.
- [25] 刘丽,聂平,肖炳燧,等. 基于 DNA 条形码序列分析的 5 种菖蒲属药用植物鉴定[J]. 中南药学,2015,13(4): 388-392.
- [26] ZHANG X J, YI L Z, DENG B C, et al. Discrimination of *Acori Tatarinowii* Rhizoma and *Acori Calami* Rhizoma based on quantitative gas chromatographic fingerprints and chemometric methods[J]. J Sep Sci, 2015, 38(23): 4078-4085.

# 基于超高效液相色谱技术的石菖蒲与常见伪品鉴别方法研究

(正文见 162 - 167 页)

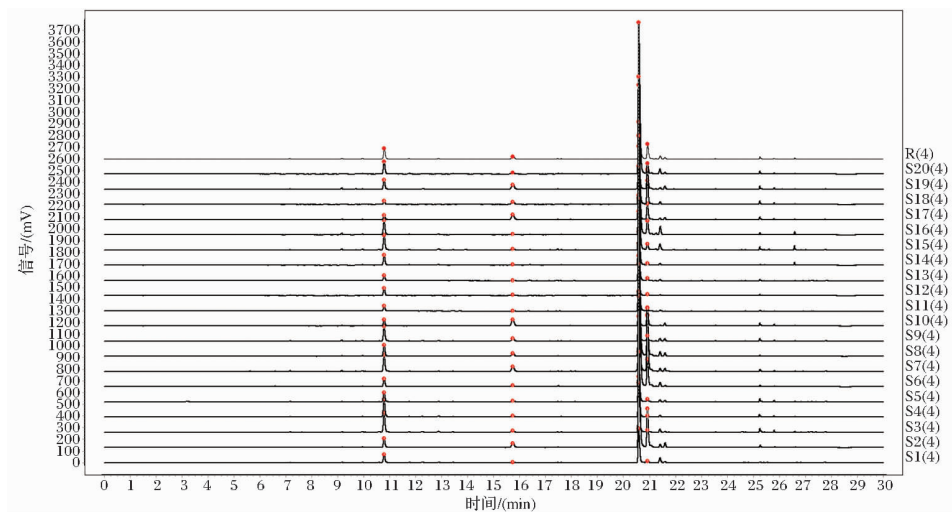


图2 石菖蒲药材特征图谱叠加图

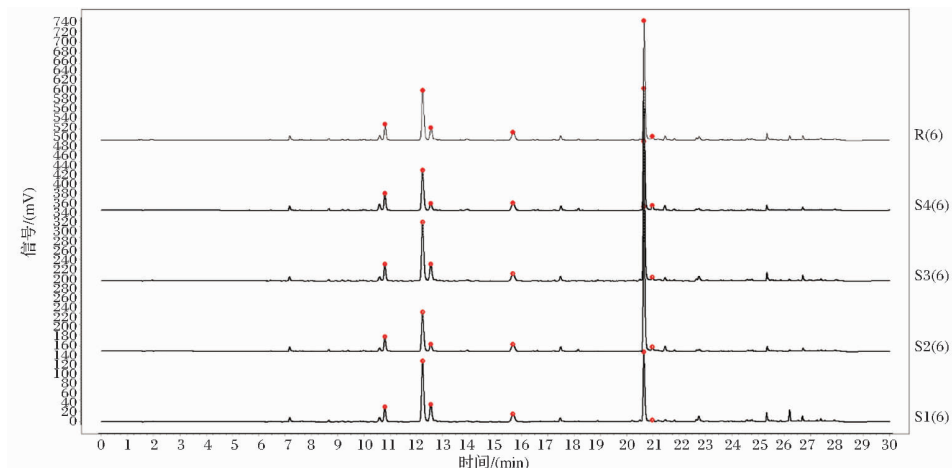


图3 茴香菖蒲药材特征图谱叠加图

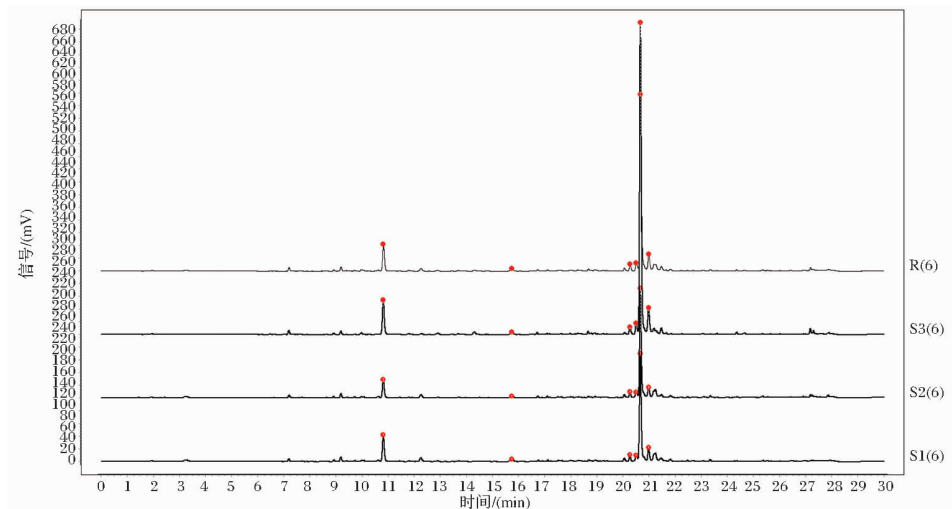


图4 水菖蒲药材特征图谱叠加图

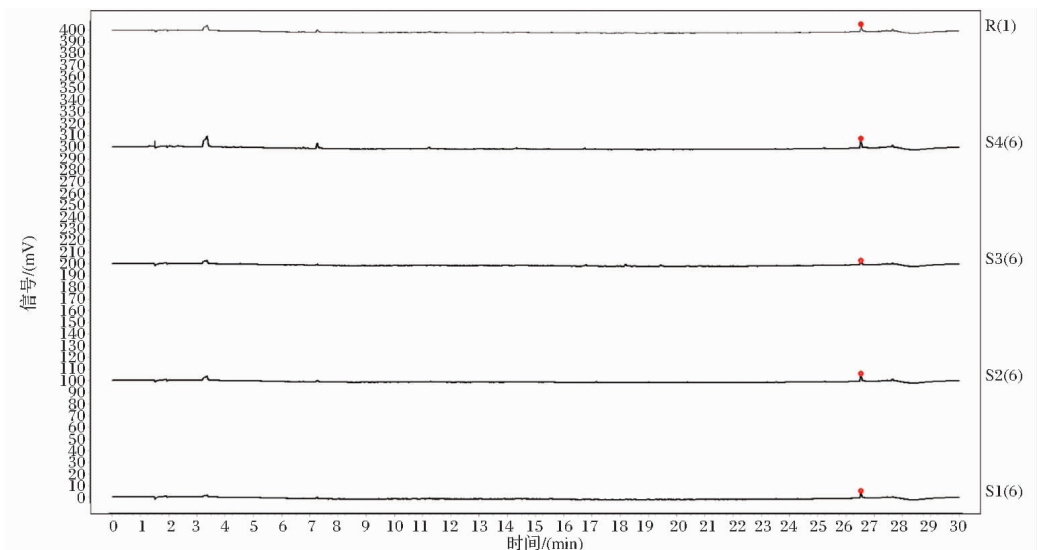


图5 九节菖蒲药材特征图谱叠加图

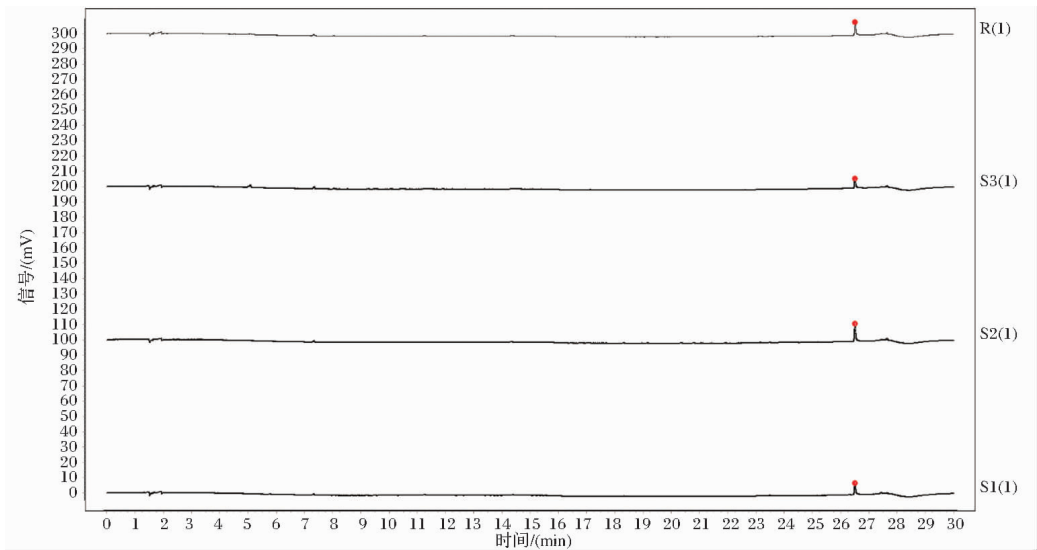


图6 岩白菜药材特征图谱叠加图

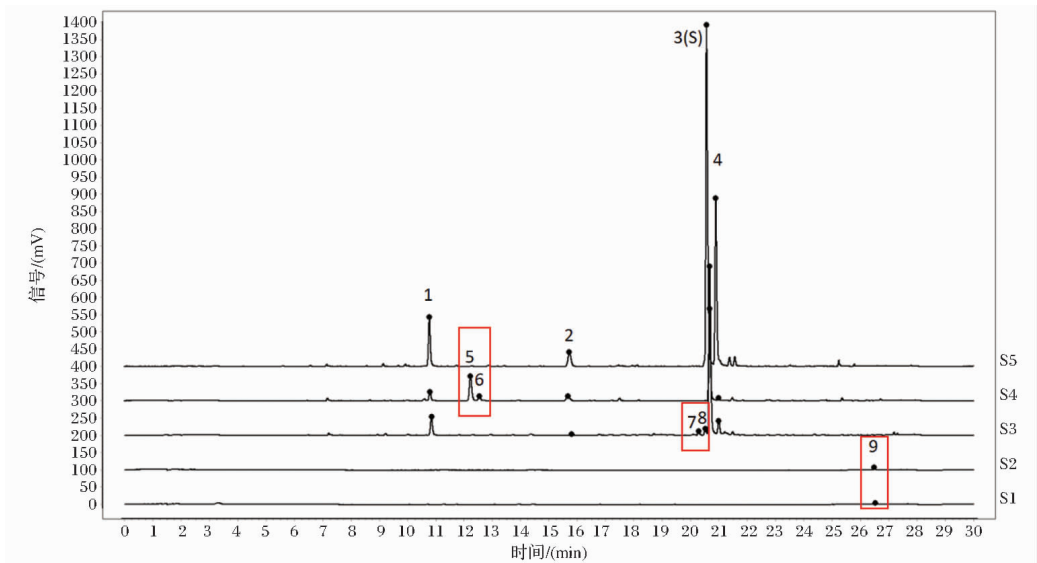


图7 石菖蒲、茴香菖蒲、水菖蒲、九节菖蒲、岩白菜药材对比研究图