

## 复方板蓝根颗粒水提部位的 ESI-MS 指纹图谱研究

刘 舒<sup>1,2</sup>, 闫 峻<sup>3</sup>, 宋凤瑞<sup>1</sup>, 刘淑莹<sup>1</sup>, 刘志强<sup>1</sup>

(1. 中国科学院长春应用化学研究所, 长春质谱中心, 吉林 长春 130022;

2. 中国科学院研究生院, 北京 100039; 3. 吉林大学药学院, 吉林 长春 130021)

### Study on the ESI-MS Fingerprinting of Water Extract of *Compound Indigowoad Root Granule*

LIU Shu<sup>1,2</sup>, YAN Jun<sup>3</sup>, SONG Feng-rui<sup>1</sup>, LIU Shu-ying<sup>1</sup>, LIU Zhi-qiang<sup>1</sup>

(1. *Changchun Center of Mass Spectrometry, Changchun Institute of Applied Chemistry, Chinese Academy of Sciences,*

*Changchun 130022, China;* 2. *Graduate School of the Chinese Academy of Sciences, Beijing 100039, China;*

3. *School of Pharmacy, Jilin University, Changchun 130021, China*)

**Abstract:** Sialic acid and lysine as an internal standard substance, the ESI-MS fingerprinting of extracts of *Compound Indigowoad Root Granule* which from different origin was studied. The fingerprinting was obtained with better precision and reproducibility. This work can provide a reference for the quality control of *Compound Indigowoad Root Granule*.

**Key words:** *Compound Indigowoad Root Granule*; fingerprinting; ESI-MS

中图分类号: O 657.63

文献标识码: A

文章编号: 1004-2997 (2009) 增刊-0055-02

复方板蓝根颗粒原方是《中华人民共和国卫生部药品标准》所收载的中药成方方剂, 由板蓝根和大青叶两味中药材组成, 具有清热解毒、凉血之功效, 用于瘟病发热、出斑、风热感冒、咽喉肿痛、流行性乙型脑炎、肝炎和腮腺炎<sup>[1]</sup>。系统溶剂萃取后的水提部位具有很强的免疫增强作用, 因此有必要建立一种行之有效的方法用于该部位的质量控制。

中药指纹图谱是近年提出的, 国际上公认的控制中药或天然药物质量的最有效手段之一。目前, 它已经广泛应用于中药材的质量控制及真伪鉴别中<sup>[2-3]</sup>。本工作利用电喷雾质谱灵敏快速的优点, 在加入内标物的情况下对复方板蓝根颗粒的水提部位 ESI-MS 指纹图谱进行研究, 得到了重现性和稳定性均较好的 ESI-MS 指纹图谱。

## 1 实验部分

### 1.1 主要仪器和试剂

LCQ™ 离子阱质谱仪: 美国 Finnigan 公司产品。

甲醇 (色谱纯): 美国 Fisher 公司产品; 乙酸乙酯和正丁醇 (分析纯): 北京化工厂产品; 食用乙醇: 吉林市白酒厂产品; 蒸馏水: 实验室自制。

不同产地的板蓝根和大青叶分别购自北京同仁堂长春药店, 吉深药店, 袁寨药店和三塔药店;

基金项目: 国家科技支撑计划 (2006BAI08B03-02) 资助。

作者简介: 刘 舒 (1985~), 女, 博士研究生。E-mail: mslab20@ciac.jl.cn

通信作者: 刘志强, 研究员。E-mail: liuzq@ciac.jl.cn

唾液酸和赖氨酸: 购自 Alfa Aesar 公司。

## 1.2 样品制备

按照《中华人民共和国卫生部药品标准》中规定的复方板蓝根颗粒的制法制备复方板蓝根颗粒浸膏<sup>[1]</sup>。然后采用系统溶剂萃取法进行萃取, 溶剂依次为乙酸乙酯、正丁醇、95%乙醇和水。水部位定容至 50 mL, 即为水提部位 (ff4)。取 1 mL 加入适量的内标物用于质谱分析。

## 1.3 质谱条件

采用正、负离子扫描模式, 质量扫描范围  $m/z$  50~1 000, 喷雾电压 4.5 kV, 壳气 ( $N_2$ )  $17 L \cdot min^{-1}$ 、金属加热毛细管温度  $200 ^\circ C$ , 毛细管电压 30 V, 进样流速  $5 \mu L \cdot min^{-1}$ 。

## 2 结果和讨论

### 2.1 方法学考察

**2.1.1 精密度试验** 取精氨酸、脯氨酸和蔗糖混合标准品溶液, 连续进样5次, 测定质谱指纹图谱, 结果5次质谱图中3个质谱峰与内标物相对丰度的RSD为0.02%, TIC图中离子流强度RSD小于0.03%, 仪器精密度符合规定。

**2.1.2 重现性试验** 取同一批板蓝根和大青叶按1.2方法制备5份供试液, 进行测定, 结果各主要质谱峰的相对丰度RSD均小于0.06%, TIC图中离子流强度RSD小于0.17%, 重现性较好。

**2.1.3 稳定性试验** 取同一样品试液, 分别于第0、4、8、12和24 h测定, 结果各主要质谱峰相对丰度RSD均小于0.05%, TIC图中离子流强度RSD小于0.08%, 说明样品至少24 h内稳定。

### 2.2 复方板蓝根颗粒水提部位的 ESI-MS 指纹图谱

选取正离子扫描模式下稳定的准分子离子峰  $m/z$  104、116、175、266、337、365、381 和负离子扫描模式下的准分子离子峰  $m/z$  133、191、195、341、503、537 为特征离子峰,  $m/z$  147、310 和 308 分别为正、负离子模式下的参考峰, 示于图 1 和图 2。对 7 批药材进行分析, 结果具有很高的相似度, 符合指纹图谱要求。

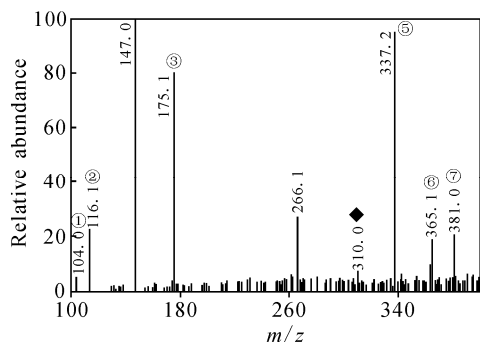


图 1 水提部位正离子扫描模式下 MS 图

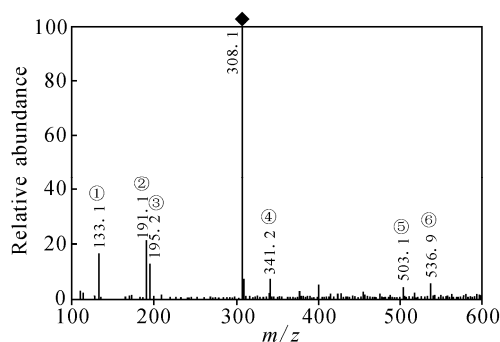


图 2 水提部位负离子扫描模式下 MS 图

## 3 小结

利用质谱方法对没有紫外吸收的复方板蓝根颗粒的水提部位进行质谱指纹图谱分析是可行的, 此项工作能为复方板蓝根颗粒的质量控制提供一定的参考依据。

### 参考文献:

- [1] 中华人民共和国卫生部药典委员会. 中华人民共和国卫生部药品标准 中药成方制剂 第12册[S]. 北京: 人民卫生出版社, 1997.
- [2] 张语迟, 王淑敏, 宋凤瑞, 等. 西洋参与北沙参的 HPLC、ESI-MS 指纹图谱识别[J]. 治法方药, 2008, 40(9): 62-64.
- [3] 吴惠勤, 黄晓兰, 黄芳, 等. 苹果挥发油的气相色谱-质谱指纹图谱[J]. 质谱学报, 2004, 25(2): 92-95.