

UHPLC-MS/MS 法测定坤宝丸中麦冬及其掺伪品的 4 种特征成分

周 恒, 曹依敏, 陈 铭, 兰 岚, 孙 健, 毛秀红, 季 申*

(上海市食品药品检验研究院, 国家药品监督管理局中药质量控制重点实验室, 上海 201203)

摘要: **目的** 建立超高效液相色谱-三重四极杆串联质谱 (UHPLC-MS/MS) 法测定坤宝丸中麦冬及其掺伪品的 4 种特征成分含量。**方法** 该药物 70% 甲醇提取液的分析采用 Agilent ZORBAX SB-C₁₈ 色谱柱 (2.1 mm×150 mm, 3.5 μm); 流动相 0.1% 甲酸-乙腈, 梯度洗脱; 体积流量 0.4 mL/min; 柱温 35 ℃; 电喷雾离子源; 正负离子扫描; 多反应监测。测定麦冬中甲基麦冬黄烷酮 A、甲基麦冬黄烷酮 B, 以及掺伪品湖北麦冬中山麦冬皂苷 B、短葶山麦冬中短葶山麦冬皂苷 C 的含量。**结果** 4 种成分在各自范围内线性关系良好 ($r>0.998\ 0$), 平均加样回收率 91.2%~108.6%, RSD 均小于 5.0%。**结论** 该方法样品前处理快速简便, 检测灵敏度较高, 准确度良好, 可用于筛查坤宝丸中麦冬及其掺伪品。

关键词: 坤宝丸; 麦冬; 湖北麦冬; 短葶山麦冬; 特征成分; 超高效液相色谱-三重四极杆串联质谱

中图分类号: R927.2

文献标志码: B

文章编号: 1001-1528(2022)06-1929-05

doi: 10.3969/j.issn.1001-1528.2022.06.036

坤宝丸是由酒女贞子、覆盆子、麦冬等 23 味药材组成的中药复方制剂, 具有滋补肝肾、镇静安神等功效, 临床上对妇女绝经前后及更年期综合征有较好的疗效^[1-4]。麦冬是坤宝丸主要药味, 但山麦冬性状与其相似, 导致长期以来在中药材市场上存在山麦冬代替麦冬的现象。文献 [5-11] 报道, 甲基麦冬黄烷酮 A、甲基麦冬黄烷酮 B 等高异黄酮是麦冬特征成分, 而山麦冬皂苷 B、短葶山麦冬皂苷 C 分别是山麦冬 2 个基原药材湖北麦冬、短葶山麦冬特征成分, 上述化合物均可作为检测指标用于区分麦冬和山麦冬, 近几年来也逐步应用于含麦冬制剂中山麦冬掺伪的筛查^[12-13]。

由于麦冬处方量在坤宝丸中不足 2%, 故需要建立灵敏准确的方法对该药材及其掺伪品山麦冬进行分析, 但传统的 TLC 法、HPLC-ELSD 法由于灵敏度不足, 专属性不强, 均无法满足检测要求^[14-15]。因此, 本实验采用超高效液相色谱-三重四极杆串联质谱 (UHPLC-MS/MS) 法测定坤宝丸中麦冬及其掺伪品中甲基麦冬黄烷酮 A、甲基麦冬黄烷酮 B, 山麦冬皂苷 B、短葶山麦冬皂苷 C 这 4 种特征成分的含量, 以期实现对该制剂中正品麦冬的质量控制, 也可对制剂中是否存在山麦冬掺伪麦冬投料进行准确判断。

1 材料

Agilent 1290 型超高效液相色谱仪 (美国 Agilent 公司); Triple Quad 6500 型三重四极杆串联质谱仪, 配置

MultiQuant 数据处理软件、电喷雾源 (美国 AB SCIEX 公司); BP211D、CP224S 型电子分析天平 (德国 Sartorius 公司); Centrifuge 5810R 型离心机 (德国 Eppendorf 公司); Mikro 200R 型高速冷冻离心机 (德国 Hettich 公司); Elmasonic E300H 型超声波清洗仪 (德国 Elma 公司); Milli-Q 型超纯水系统 (美国 Milipore 公司); Multivap 113 型氮气吹干仪 (美国 Organomation 公司)。甲基麦冬黄烷酮 A (批号 Z11N8X48156)、甲基麦冬黄烷酮 B (批号 Y25A10L86868) 对照品均购自上海源叶生物科技有限公司; 山麦冬皂苷 B (批号 111907-201001)、短葶山麦冬皂苷 C (批号 111908-201001) 对照品均购自中国食品药品检定研究院。坤宝丸共 179 批, 均为市售品, 具体信息见表 1。色谱纯甲醇、乙腈 (德国 Merck 公司); 色谱纯甲酸 (美国 Fisher Scientific 公司)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件 Agilent ZORBAX SB-C₁₈ 色谱柱 (2.1 mm×150 mm, 3.5 μm); 流动相 0.1% 甲酸 (A)-乙腈 (B), 梯度洗脱, 程序见表 2; 体积流量 0.4 mL/min; 柱温 35 ℃; 进样量 5 μL。

2.2 质谱条件 电喷雾 (ESI) 离子源, 正负离子扫描; 多反应监测 (MRM) 模式; 电喷雾电压 5 500 V (正离子)、-4 500 V (负离子); 离子源温度 500 ℃; 气帘气 (CUR) 20.0 psi (1 psi = 6.895 kPa); 碰撞气 (CAD)

收稿日期: 2020-08-26

基金项目: 国家重点研发计划 (2017YFC1700800); 上海市科委研发平台专项 (18DZ2292200); 上海市科委技术标准专项 (18DZ2200900)

作者简介: 周 恒 (1985—), 男, 博士, 副主任药师, 从事中药质量控制与安全性研究。Tel: (021) 38839900, E-mail: shadowless@126.com

* 通信作者: 季 申 (1963—), 女, 博士, 主任药师, 从事中药质量控制与安全性研究。Tel: (021) 50798195, E-mail: jishen2013@163.com

表 1 样品信息

编号	批号	来源	编号	批号	来源	编号	批号	来源
1	12818019	贵州	61	181204	吉林	121	17035247	北京
2	16035298	北京	62	12818013	贵州	122	12817017	贵州
3	181007	吉林	63	17035236	北京	123	181202	吉林
4	12818013	贵州	64	170201	吉林	124	12818021	贵州
5	171001	河北	65	181202	吉林	125	170807	吉林
6	181005	吉林	66	170802	河北	126	180101	吉林
7	17035357	北京	67	180401	吉林	127	170505	吉林
8	17035358	北京	68	12818020	贵州	128	12817024	贵州
9	12818017	贵州	69	181005	吉林	129	DCXA0626	贵州
10	161201	吉林	70	180801	吉林	130	12819003	贵州
11	190101	吉林	71	180502	吉林	131	12818017	贵州
12	170902	吉林	72	12817030	贵州	132	17035373	北京
13	17035383	北京	73	12818011	贵州	133	181103	吉林
14	17035372	北京	74	12819001	贵州	134	181003	吉林
15	16035156	北京	75	181102	吉林	135	181002	吉林
16	16035154	北京	76	171001	河北	136	17035375	北京
17	12817019	贵州	77	12817029	贵州	137	181103	吉林
18	180901	吉林	78	180101	吉林	138	20190302	陕西
19	170301	吉林	79	20180216	陕西	139	181202 007	吉林
20	181102	吉林	80	181102	吉林	140	171206	吉林
21	20181208	陕西	81	181001	河北	141	181202	吉林
22	18035091	北京	82	20181207	陕西	142	170602	吉林
23	171002	吉林	83	170503	吉林	143	20190108	陕西
24	17035250	北京	84	170401	河北	144	20190305	陕西
25	171106	吉林	85	170808	吉林	145	12818004	贵州
26	171002	河北	86	180601	吉林	146	180703	吉林
27	171001	河北	87	180901	吉林	147	181001	河北
28	171001	河北	88	180803	吉林	148	181006	吉林
29	180901	河北	89	170801	吉林	149	171106	吉林
30	17035514	北京	90	170202	吉林	150	181002	吉林
31	17035380	北京	91	171205	吉林	151	180502	吉林
32	17035235	北京	92	171001	河北	152	180501	吉林
33	18035060	北京	93	181007	吉林	153	170202	吉林
34	17035383	北京	94	170402	吉林	154	190301	吉林
35	16035251	北京	95	12817022	贵州	155	171001	河北
36	17035056	北京	96	180601	吉林	156	190302	吉林
37	17035356	北京	97	180901	河北	157	190403	吉林
38	17035216	北京	98	180702	吉林	158	170605	吉林
39	17035225	北京	99	12818022	贵州	159	190301	吉林
40	17035253	北京	100	12819001	贵州	160	20190102	陕西
41	17035362	北京	101	170202	吉林	161	171001	河北
42	17035352	北京	102	170801	河北	162	181002	吉林
43	17035371	北京	103	170902	吉林	163	190402	吉林
44	170504	吉林	104	12817008	贵州	164	170806	吉林
45	170504	吉林	105	18035093	北京	165	190401	吉林
46	180703	吉林	106	171206	吉林	166	170804	吉林
47	181101	吉林	107	12818005	贵州	167	181002	吉林
48	181002	吉林	108	12817030	贵州	168	180901	河北
49	12818003	贵州	109	12818008	贵州	169	171204	吉林
50	170807	吉林	110	170201	吉林	170	170801	河北
51	18035097	北京	111	170102	吉林	171	170404	河北
52	171205	吉林	112	180401	吉林	172	181002	吉林
53	181203	吉林	113	12818006	贵州	173	12819012	贵州
54	181203	吉林	114	12817010	贵州	174	12819004	贵州
55	12818007	贵州	115	170805	吉林	175	12819026	贵州
56	170703	吉林	116	20190103	陕西	176	12819016A	贵州
57	170811	吉林	117	20181207	陕西	177	20190305	陕西
58	17035516	北京	118	180901	河北	178	180401	吉林
59	18035061	北京	119	12818017	贵州	179	181001	吉林
60	181003	吉林	120	12818010	贵州			

表 2 梯度洗脱程序

时间/min	A 0.1% 甲酸/%	B 乙腈/%
0~1	90	10
1~16	90~5	10~95
16~20	5	95
20~20.1	5~90	95~10
20.1~25	90	10

7.0 psi; 雾化气 (氮气) 50.0 psi; 辅助气 50.0 psi; 射入电压 (EP) 10 V; 射出电压 (CXP) 15 V。其他参数见表 3。

表 3 各成分质谱参数

成分	保留时间/min	母离子	子离子	DP/V	CE/V
山麦冬皂苷 B	10.9	723.4	251.2*	10	35
		723.4	269.2	10	35
短葶山麦冬皂苷 C	10	915.5	869.5*	-20	-27
		915.5	737.5	-20	-45
甲基麦冬黄烷酮 A	11.6	341.1	178.1*	-160	-39
		341.1	206.1	-160	-33
甲基麦冬黄烷酮 B	11.9	327.1	178.1*	-160	-40
		327.1	206.1	-160	-33

注: * 表示定量用监测离子对。

2.3 溶液制备

2.3.1 对照品溶液 精密称取各对照品, 70% 甲醇制成每

1 mL 含山麦冬皂苷 B、短葶山麦冬皂苷 C、甲基麦冬黄烷酮 A、甲基麦冬黄烷酮 B 各 1 mg 的贮备液, 精密量取适量, 70% 甲醇定容至 100 mL, 制成 1 000 ng/mL 溶液, 依次稀释至 5、10、50、100、200、400 ng/mL, 即得, 在 4 ℃ 下保存。

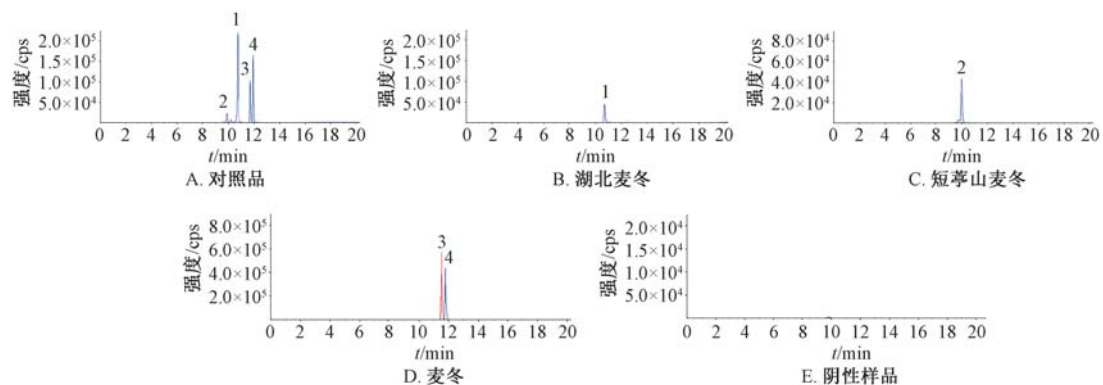
2.3.2 供试品溶液 精密称取本品粉末 0.5 g, 置于具塞锥形瓶中, 精密加入 70% 甲醇 25 mL, 称定质量, 超声 (250 W、40 kHz) 处理 120 min, 放冷, 70% 甲醇补足减失的质量, 摇匀, 4 000 r/min 离心 5 min, 取上清液 1 mL, 14 000 r/min 离心 5 min, 取上清液, 即得。

2.3.3 阴性样品溶液 按处方配比, 制得缺麦冬的阴性样品, 按“2.3.2”项下方法制备, 即得。

2.4 专属性试验 取对照品、供试品、阴性样品溶液, 在“2.1”“2.2”项条件下进样测定, 结果见图 1, 可知各成分在各自范围内线性关系良好。

2.5 方法学考察

2.5.1 线性关系考察 精密吸取“2.3.2”项下不同质量浓度对照品溶液各 5 μ L, 在“2.1”“2.2”项条件下进样测定。以对照品质量浓度为横坐标 (X), 峰面积为纵坐标 (Y) 进行回归, 结果见表 4, 可知各成分在 5~400 ng/mL 范围内线性关系良好。



1. 山麦冬皂苷 B 2. 短葶山麦冬皂苷 C 3. 甲基麦冬黄烷酮 A 4. 甲基麦冬黄烷酮 B

图 1 各成分 MRM 离子流图

表 4 各成分线性关系

成分	回归方程	r
山麦冬皂苷 B	$Y = 2\,249.5X + 1\,401.9$	0.999 3
短葶山麦冬皂苷 C	$Y = 269.9X + 3\,445.1$	0.999 1
甲基麦冬黄烷酮 A	$Y = 2\,346.7X - 3\,248.9$	0.998 2
甲基麦冬黄烷酮 B	$Y = 2\,381.6X - 3\,513.8$	0.998 1

2.5.2 精密度试验 精密吸取 50 ng/mL 对照品溶液 5 μ L, 在“2.1”“2.2”项条件下进样测定 6 次, 测得山麦冬皂苷 B、短葶山麦冬皂苷 C、甲基麦冬黄烷酮 A、甲基麦冬黄烷酮 B 峰面积 RSD 分别为 2.8%、2.6%、2.2%、1.9%, 表明仪器精密度较好。

2.5.3 重复性试验 取本品 (85 号) 粉末 0.5 g, 按“2.3.2”项下方法制备 6 份供试品溶液, 在“2.1”“2.2”项条件下进样测定, 测得山麦冬皂苷 B、短葶山麦冬皂苷

含量 RSD 分别为 4.2%、3.6%; 取本品 (10 号) 粉末 0.5 g, 按“2.3.2”项下方法制备 6 份供试品溶液, 在“2.1”“2.2”项条件下进样测定, 测得甲基麦冬黄烷酮 A、甲基麦冬黄烷酮 B 含量 RSD 分别为 5.1%、3.8%, 表明该方法重复性良好。

2.5.4 加样回收率试验 精密称取阴性样品 0.5 g, 共 9 份, 置于具塞锥形瓶中, 加入低、中、高水平 (2.5、5、10 μ g/g) 对照品溶液, 每个水平 3 份, 按“2.3.2”项下方法制备供试品溶液, 在“2.1”“2.2”项条件下进样测定, 计算回收率。结果, 山麦冬皂苷 B、短葶山麦冬皂苷 C、甲基麦冬黄烷酮 A、甲基麦冬黄烷酮 B 平均加样回收率分别为 108.6%、105.0%、91.2%、91.3%, RSD 分别为 4.5%、4.0%、4.6%、4.5%。

2.5.5 基质效应试验 取阴性样品 0.5 g, 共 6 份, 按

表 5 各成分含量测定结果 (μg/g)

编号	山麦冬 皂苷 B	短葶山 麦冬皂 苷 C	甲基麦 冬黄烷 酮 A	甲基麦 冬黄烷 酮 B	编号	山麦冬 皂苷 B	短葶山 麦冬皂 苷 C	甲基麦 冬黄烷 酮 A	甲基麦 冬黄烷 酮 B	编号	山麦冬 皂苷 B	短葶山 麦冬皂 苷 C	甲基 麦冬黄 烷酮 A	甲基麦 冬黄烷 酮 B
1	5.5	—	—	—	61	—	29.5	—	—	121	—	—	1.4	0.9
2	—	46.1	—	—	62	6.1	—	—	—	122	3.4	—	—	—
3	—	34.6	—	—	63	—	45.5	—	—	123	—	29.2	—	—
4	5.6	—	—	—	64	—	—	13.4	8.3	124	6.7	—	—	—
5	3.9	—	—	—	65	5.0	—	—	—	125	1.4	21.9	—	—
6	—	29.5	—	—	66	—	53.1	—	—	126	4.5	14.5	—	—
7	—	—	0.6	0.5	67	—	—	7.4	4.5	127	—	—	0.9	0.7
8	—	—	0.6	0.4	68	4.9	—	1.3	0.8	128	6.8	—	—	—
9	5.9	—	—	—	69	—	26.5	—	—	129	8.7	—	—	—
10	—	—	6.4	4.2	70	—	29.7	—	—	130	6.0	—	—	—
11	—	—	2.9	1.9	71	—	—	6.3	3.9	131	6.7	—	—	—
12	—	—	0.6	0.4	72	6.1	—	—	—	132	—	—	2.1	1.4
13	—	29.6	—	—	73	5.8	—	—	—	133	—	32.4	—	—
14	—	—	1.3	0.9	74	5.2	—	—	—	134	—	34.4	—	—
15	—	—	0.6	0.5	75	—	38.2	—	—	135	—	—	7.1	4.5
16	—	—	0.5	0.5	76	3.3	—	—	—	136	—	49.2	—	—
17	3.5	—	—	—	77	2.6	—	—	—	137	—	28.4	—	—
18	—	29.3	—	—	78	4.3	13.2	—	—	138	—	27.2	0.6	0.4
19	3.1	—	—	—	79	—	34.8	—	—	139	5.7	10.7	—	—
20	—	26.1	—	—	80	—	27.1	—	—	140	7.4	—	—	—
21	—	—	0.6	0.4	81	—	—	1.0	0.7	141	5.7	—	—	—
22	—	29.5	0.8	0.6	82	—	23.7	—	—	142	1.9	—	0.8	0.6
23	—	—	0.3	0.2	83	—	—	0.7	0.5	143	—	—	1.6	1.1
24	—	—	1.3	0.9	84	—	56.7	—	—	144	—	—	1.7	1.2
25	—	36.2	—	—	85	1.8	28.5	—	—	145	6.2	—	—	—
26	—	36.7	—	—	86	—	—	8.9	5.5	146	—	40.0	—	—
27	3.3	—	—	—	87	—	28.9	—	—	147	—	—	1.6	1.2
28	—	36.4	—	—	88	—	34.7	—	—	148	—	36.7	—	—
29	3.6	—	—	—	89	3.8	—	—	—	149	—	35.0	—	—
30	—	37.7	—	—	90	—	—	5.3	3.3	150	—	—	5.1	3.5
31	—	44.6	—	—	91	—	32.0	—	—	151	—	—	9.2	5.6
32	—	46.1	—	—	92	3.3	—	—	—	152	—	—	5.2	3.2
33	—	30.4	0.8	0.7	93	—	26.8	—	—	153	—	—	7.3	4.5
34	—	33.7	—	—	94	—	41.2	—	—	154	—	—	9.1	5.7
35	—	42.6	—	—	95	4.9	—	—	—	155	3.9	—	0.6	0.4
36	—	45.1	—	—	96	—	—	10.6	6.6	156	—	—	9.3	5.8
37	—	—	1.3	0.9	97	3.9	—	0.5	0.4	157	—	—	0.7	0.5
38	—	45.1	—	—	98	—	23.2	—	—	158	—	—	9.1	5.6
39	—	46.2	—	—	99	5.5	—	—	—	159	—	—	6.3	3.2
40	—	—	1.2	0.8	100	5.5	—	—	—	160	—	—	0.8	0.6
41	—	—	1.3	0.9	101	—	35.7	—	—	161	3.9	—	0.6	0.4
42	—	—	1.2	0.8	102	—	53.4	—	—	162	—	—	6.5	4.3
43	—	—	1.1	0.7	103	—	—	0.7	0.5	163	—	—	1.6	1.2
44	—	—	0.5	0.4	104	—	52.2	—	—	164	1.0	10.5	0.5	0.3
45	3.9	—	—	—	105	—	—	1.4	1.0	165	—	—	0.6	0.5
46	—	34.2	—	—	106	6.4	—	—	—	166	4.6	—	—	—
47	—	—	2.7	1.9	107	5.0	—	—	—	167	—	—	7.3	4.5
48	—	—	4.0	2.5	108	5.3	—	—	—	168	7.6	—	—	—
49	5.9	—	—	—	109	3.1	—	—	—	169	7.0	—	—	—
50	1.5	24.3	—	—	110	—	—	4.7	3.0	170	—	53.3	—	—
51	—	37.5	—	—	111	—	—	9.9	6.0	171	—	69.7	—	—
52	6.3	—	—	—	112	—	—	8.0	5.0	172	—	—	8.2	5.1
53	—	30.0	—	—	113	3.6	—	—	—	173	9.0	—	—	—
54	—	28.7	—	—	114	—	64.3	—	—	174	7.3	—	—	—
55	4.2	—	—	—	115	1.8	28.6	—	—	175	6.6	—	—	—
56	—	34.0	—	—	116	—	—	1.7	1.2	176	8.5	—	—	—
57	—	—	0.6	0.4	117	—	—	1.1	0.7	177	—	—	0.8	0.6
58	—	42.5	—	—	118	4.9	—	—	—	178	—	—	13.5	8.9
59	—	30.3	—	—	119	4.7	—	—	—	179	—	—	3.0	1.9
60	—	37.8	—	—	120	3.9	—	—	—					

注:—表示未检出该成分。

“2.3.2”项下方法处理,氮吹仪上40℃水浴浓缩至约0.4 mL,分别加入100 ng/mL对照品溶液50、100 μ L,1 000 ng/mL对照品溶液50、100、200、400 μ L,70%甲醇定容至1 mL,涡旋混匀,14 000 r/min离心5 min,取上清液,即得基质对照品溶液(5、10、50、100、200、400 ng/mL),分别精密吸取5 μ L,在“2.1”“2.2”项条件下进样测定,按“2.4.1”项下方法进行回归,计算斜率,测定基质效应,公式为基质效应=[(基质匹配回归方程斜率/溶剂回归方程斜率)-1]×100%。结果,山麦冬皂苷B、短葶山麦冬皂苷C、甲基麦冬黄烷酮A、甲基麦冬黄烷酮B基质效应分别为-2%、4%、12%、11%,均不明显^[16-17],表明可采用溶剂回归方程代替基质匹配回归方程来进行定量分析。

2.5.6 检出限考察 检出限以基质对照品溶液的最低浓度值(LCL)为标准进行计算,测得山麦冬皂苷B、短葶山麦冬皂苷C、甲基麦冬黄烷酮A、甲基麦冬黄烷酮B检出限均为0.25 μ g/g。

2.6 样品含量测定 取179批样品,按“2.3.2”项下方法制备供试品溶液,每批2份,在“2.1”“2.2”项条件下进样测定,计算含量,结果见表5。由此可知,53批检出色山麦冬皂苷B,58批检出短葶山麦冬皂苷C,8批同时检出色山麦冬皂苷B、短葶山麦冬皂苷C,其余60批仅检出甲基麦冬黄烷酮A、甲基麦冬黄烷酮B。另外,在检出色山麦冬皂苷B或短葶山麦冬皂苷C的119批样品中,有8批也同时检出甲基麦冬黄烷酮A、甲基麦冬黄烷酮B。

3 讨论

3.1 麦冬特征成分选择 谈梦霞等^[9]通过PLS-DA发现,与山麦冬比较,麦冬中赖氨酸、精氨酸、缬氨酸、麦冬皂苷D、甲基麦冬黄烷酮A、甲基麦冬黄烷酮B含量较高,可作为两者差异成分;本实验发现,与甲基麦冬黄烷酮A、甲基麦冬黄烷酮B比较,相同质量浓度的麦冬皂苷D对照品溶液在质谱中的响应要低100~300倍,而且在麦冬、山麦冬中的含量差异也更小,故以麦冬皂苷D为麦冬特征成分可能会造成误判。另外,坤宝丸药味复杂,赖氨酸、精氨酸、缬氨酸等氨基酸的专属性较差,也无法用于麦冬、山麦冬的区分鉴定,故最终选择甲基麦冬黄烷酮A、甲基麦冬黄烷酮B作为麦冬特征成分。

3.2 结果分析 179批坤宝丸中有119批检出色山麦冬特征成分,占总量的66.5%,表明麦冬与山麦冬混用现象较为普遍,但2015年版《中国药典》暂未对坤宝丸中麦冬成分设置质控项目,相关标准有待修订完善。文献[6]报道,湖北麦冬中山麦冬皂苷B含量为80~150 μ g/g,而其须根中该成分含量达1 090~2 830 μ g/g。假设坤宝丸完全使用湖北麦冬投料,以处方量占比2%计算,则山麦冬皂苷B含量应大致为1.6~3.0 μ g/g,但本实验发现部分样品中该成分实际含量明显超出了这一范围,推测可能存在湖北麦冬须根投料的情况,需引起关注。

4 结论

本实验建立UHPLC-MS/MS法测定坤宝丸中麦冬及其掺伪品的4种特征成分含量,该方法样品前处理快速简便,检测灵敏度较高,准确度良好,可为该制剂质量控制提供可靠的分析手段和参考依据。

参考文献:

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典: 2015年版一部[S]. 北京: 中国医药科技出版社, 2015.
- [2] 李 晔, 周明芳, 王君伟. 坤宝丸治疗围绝经期综合征的临床研究[J]. 时珍国医国药, 2013, 24(8): 1957-1958.
- [3] 杨玉环. 坤宝丸治疗更年期综合征的临床观察[J]. 实用妇科内分泌电子杂志, 2015, 2(11): 97-98.
- [4] 刘 琪. 坤宝丸与西药治疗更年期综合征临床疗效对比分析[J]. 中医药学报, 2014, 42(5): 143-145.
- [5] 余伯阳, 徐国钧, 平井康昭, 等. HPLC法测定山麦冬中山麦冬皂苷B、J的含量[J]. 中国药科大学学报, 1991, 22(2): 114-116.
- [6] 吴 弢, 余伯阳, 程志红, 等. HPLC-ELSD法测定湖北麦冬中主要皂苷的含量[J]. 中草药, 2000, 31(3): 175-177.
- [7] 王宪民, 吴 炎, 张 闻, 等. 不同采收期短葶山麦冬中短葶山麦冬皂苷C差向异构体含量测定[J]. 中国实验方剂学杂志, 2015, 21(14): 28-31.
- [8] 丁 锐, 狄天云, 王刚力, 等. HPLC-ELSD法测定短葶山麦冬中短葶山麦冬皂苷C的含量[J]. 药物分析杂志, 2011, 31(1): 127-130.
- [9] 谈梦霞, 陈佳丽, 邹立思, 等. 麦冬与山麦冬中多元指标成分的比较分析[J]. 中国中药杂志, 2018, 43(20): 4084-4092.
- [10] 吴兆宇, 周梯强, 郝 蕊, 等. 麦冬化学成分及药理作用研究进展[C] // 2014年中国药学会大会暨第十四届中国药师周论文集. 石家庄: 中国药学会, 2014: 2539-2542.
- [11] 刘 霞, 曹秀荣, 陈科力, 等. 湖北麦冬的研究进展[J]. 医药导报, 2008, 27(10): 1231-1234.
- [12] 张 炜, 宋文静, 武嘉庚, 等. UPLC-MS/MS法检测妇康宁片中添加的山麦冬[J]. 中成药, 2017, 39(4): 867-869.
- [13] 王 峰, 何 轶, 于健东, 等. 牛黄清胃丸中麦冬掺伪情况研究[J]. 中国药学杂志, 2019, 54(16): 1332-1335.
- [14] 戚雁飞. 运用薄层色谱方法区别麦冬与山麦冬[J]. 浙江中医学院学报, 2003, 28(6): 85-86.
- [15] 董政起, 朱 静, 金光株. 麦冬与山麦冬的HPLC指纹图谱比较研究[J]. 特产研究, 2007, 29(1): 20-22.
- [16] 孙明娜, 余 璐, 王雯雯, 等. QuEChERS-液质联用法同时测定农产品中3种农药及其代谢物残留[J]. 安徽农业科学, 2019, 47(18): 211-214.
- [17] 王连珠, 方恩华, 王彩娟, 等. QuEChERS-超高效液相色谱-串联质谱法测定动物源食品中痕量五氯酚及其钠盐[J]. 色谱, 2018, 36(6): 518-522.