

中图分类号: R932; R284.1; R286.0
doi:10.3969/j.issn.1006-4931.2025.05.013

文献标志码: A

文章编号: 1006-4931(2025)05-0062-06



蛤蚧定喘丸中麦冬掺伪山麦冬鉴别方法建立*

张瑾, 周煜, 华小懿, 浦洁

(江苏省无锡市药品安全检验检测中心, 江苏 无锡 214000)

摘要:目的 建立鉴别蛤蚧定喘丸中麦冬掺伪品山麦冬的超高效液相色谱-四极杆-静电场轨道阱高分辨质谱(UPLC-Q-Exactive MS)法。方法 色谱柱为 Agilent Poroshell 120 SB-C₁₈ 柱(100 mm×2.1 mm, 2.7 μm), 流动相为乙腈-0.1% 甲酸溶液(50:50, V/V), 流速为 0.3 mL/min, 柱温为 35℃, 进样量为 3 μL, 采用电喷雾正离子(ESI⁺)模式, 以平行反应监测(PRM)模式扫描。结果 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 的质量浓度分别在 0.049~1.234 μg/mL、0.049~1.235 μg/mL、2.038~50.960 μg/mL、2.136~53.410 μg/mL 范围内与峰面积线性关系良好($r \geq 0.999\ 0$, $n=5$); 检测限分别为 0.007, 0.007, 0.061, 0.320 ng; 精密度、稳定性、重复性试验结果的 RSD 均小于 3.0% ($n=6$); 平均加样回收率分别为 92.62%, 96.50%, 95.64%, 97.18%, RSD 分别为 2.08%, 2.43%, 2.11%, 2.17% ($n=6$)。51 批蛤蚧定喘丸中, 有 9 批检出山麦冬皂苷 B, 表明存在混入山麦冬投料情况。结论 所建立的方法快速、准确、可靠, 可用于判断蛤蚧定喘丸中麦冬的投料情况, 也可为其他含麦冬制剂中掺伪山麦冬的监测提供参考。

关键词: 蛤蚧定喘丸; 超高效液相色谱-四极杆-静电场轨道阱高分辨质谱法; 麦冬; 山麦冬

Establishment of Identification Method for the Adulteration of Ophiopogonis Radix with Liriope Radix in Gejie Dingchuan Pills

ZHANG Jin, ZHOU Yu, HUA Xiaoyi, PU Jie

(Wuxi Center for Drug Safety Control, Wuxi, Jiangsu, China 214000)

Abstract: Objective To establish an ultra-high performance liquid chromatography-quadrupole-electrostatic field orbital trap high-resolution mass spectrometry (UPLC-Q-Exactive MS) method for identifying the adulteration of Ophiopogonis Radix with Liriope Radix in Gejie Dingchuan Pills. **Methods** The chromatographic column was Agilent Poroshell 120 SB-C₁₈ column (100 mm×2.1 mm, 2.7 μm), the mobile phase was acetonitrile-0.1% formic acid solution (50:50, V/V), the flow rate was 0.3 mL/min, the column temperature was 35℃, the injection volume was 3 μL, and the electrospray positive ion (ESI⁺) mode was adopted with parallel reaction monitoring (PRM) mode for scanning. **Results** The linear ranges of methylphlopiogonanone A, methylphlopiogonanone B, liriope B, and liriope muscari baily saponins C were 0.049-1.234 μg/mL, 0.049-1.235 μg/mL, 2.038-50.960 μg/mL, and 2.136-53.410 μg/mL, respectively ($r \geq 0.999\ 0$, $n=5$). The limits of detection were 0.007, 0.007, 0.061, and 0.320 ng, respectively. The RSDs of precision, stability, and repeatability test results were all lower than 3.0% ($n=6$). The average recoveries of methylphlopiogonanone A, methylphlopiogonanone B, liriope B, and liriope muscari baily saponins C were 92.62%, 96.50%, 95.64%, and 97.18%, with RSDs of 2.08%, 2.43%, 2.11%, and 2.17%, respectively ($n=6$). Among the fifty-one batches of Gejie Dingchuan Pills, nine batches were found to contain liriope B, indicating the presence of the feeding problem of mixing Liriope Radix in Ophiopogonis Radix. **Conclusion** The established method is fast, accurate, and reliable, and can be used to determine the feeding status of Ophiopogonis Radix in Gejie Dingchuan Pills. It can also provide a reference for monitoring of adulterated Liriope Radix in other preparations containing Ophiopogonis Radix.

Key words: Gejie Dingchuan Pills; UPLC-Q-Exactive MS; Ophiopogonis Radix; Liriope Radix

蛤蚧定喘丸为临床常用止咳平喘类非处方药,属国家基本药物目录品种。处方来源于《全国中药成药处方集》,现收载于2020年版《中国药典(一部)》,由蛤蚧、麻黄、紫菀、麦冬、百合等14味中药组方,具有滋阴润肺、止咳平喘功效^[1]。方中,养阴润肺良药麦冬的混淆品山麦冬产量大,且外形与麦冬极相近,市场上常存在山麦冬与麦冬混用的情况^[2-6]。但两药基源不同,不能混用。近年来,国家评价性抽验发现,以麦冬为原料的中

成药如养阴清肺丸、石斛夜光丸、坤宝丸等违规检出山麦冬的特征性成分^[7-11]。蛤蚧定喘丸质量标准中缺少麦冬药味的鉴别项或检查项,故开展蛤蚧定喘丸中麦冬掺伪研究对药品的真实生产及质量安全有指导意义。据报道,麦冬中的特征性成分甲基麦冬黄烷酮 A 和甲基麦冬黄烷酮 B,山麦冬(湖北麦冬)的特征性成分山麦冬皂苷 B,山麦冬(短葶山麦冬)的特征性成分短葶山麦冬皂苷 C,可用于区分麦冬和山麦冬^[12-15]。为此,本

*基金项目:国家药品监督管理局2022年国家药品抽验计划[中检监督函[2022]65号]。

第一作者:张瑾,女,硕士研究生,主任中药师,研究方向为中药真伪鉴别与质量评价,(电子信箱)810261754@qq.com。

研究中建立了筛查蛤蚧定喘丸中麦冬和山麦冬特征性成分的超高效液相色谱-四极杆-静电场轨道阱高分辨质谱(UPLC-Q-Exactive MS)法,以考察该制剂中麦冬的投料情况。现报道如下。

1 仪器与试药

1.1 仪器

Thermo Scientific Q Exactive 型静电场轨道阱液质联用仪(美国 Thermo Fisher 公司),配有 Vanquish 型液相色谱仪和 Q Exactive 型质谱仪;XS205DU 型电子天平(精度为 0.1 mg),XP-6 型精密电子天平(精度为 0.001 mg),均购自瑞士 Mettler Toledo 公司;Merck Millipore-Q 型超纯水仪(德国 Merck 公司)。

1.2 试药

麦冬对照药材(批号为 121013-201711),山麦冬(湖北麦冬)对照药材(批号为 121136-201803),均购自中国食品药品检定研究院;甲基麦冬黄烷酮 A 对照品(批号为 HR2315W10,纯度为 98.0%),甲基麦冬黄烷酮 B 对照品(批号为 HR234W10,纯度为 98.0%),均购自宝鸡市辰光生物科技有限公司;山麦冬皂苷 B 对照品(批号为 190116-202104,纯度 ≥ 98.0%),短葶山麦冬皂苷 C 对照品(批号为 250010-202112,纯度为 ≥ 98.0%),均购自上海鸿永生物科技有限公司;山麦冬(短葶山麦冬)样品由江苏省南通市食品药品监督检验中心提供,经江苏省无锡市药品安全检验检测中心中药室主任丁晴鉴定为百合科植物短葶山麦冬的干燥块根;甲酸(质谱纯,上海安谱实验科技股份有限公司);乙腈(质谱纯,德国 Merck 公司);其余试剂均为分析纯,购自国药集团化学试剂有限公司;蛤蚧定喘丸样品(共 51 批,序号为 1-51,涉及 7 家生产企业),样品信息见表 1。

2 方法与结果

2.1 试验条件

2.1.1 色谱条件

色谱柱:Agilent Poroshell 120 SB-C₁₈柱(100 mm × 2.1 mm,2.7 μm);流动相:乙腈-0.1%甲酸溶液(50:50, V/V);流速:0.3 mL/min;柱温:35℃;进样量:3 μL。

2.1.2 质谱条件

离子源:正离子、加热电喷雾电离(HESI⁺);喷雾电压:3.0 kV;毛细管温度:350℃;鞘气流速:40 arb;辅助气流速:15 arb;S-lens RF 电压:50 V;喷雾气和碰撞气:氮气;扫描模式:平行反应监测(PRM)模式。各成分监测离子对质谱参数见表 2。

2.2 溶液制备

分别取甲基麦冬黄烷酮 A 对照品 5.036 mg、甲基麦冬黄烷酮 B 对照品 5.039 mg,精密称定,置 20 mL 容量瓶中,加甲醇稀释并定容;再分别取山麦冬皂苷 B 对

表 1 蛤蚧定喘丸样品信息

Tab. 1 Information of Gejie Dingchuan Pills

序号	生产 企业	生产 批号	剂型	序号	生产 企业	生产 批号	剂型	序号	生产 企业	生产 批号	剂型
1	企业 A	20200101	水蜜丸	18	企业 B	201201	大蜜丸	35	企业 C	20211201	水蜜丸
2	企业 A	20210501	小蜜丸	19	企业 B	210102	大蜜丸	36	企业 C	20211202	水蜜丸
3	企业 A	20210503	水蜜丸	20	企业 B	210203	水蜜丸	37	企业 D	20200204	水蜜丸
4	企业 A	20210701	水蜜丸	21	企业 B	210301	小蜜丸	38	企业 D	20201001	水蜜丸
5	企业 A	20210704	水蜜丸	22	企业 B	210602	水蜜丸	39	企业 D	20210403	水蜜丸
6	企业 A	20210709	水蜜丸	23	企业 B	210604	水蜜丸	40	企业 D	20210501	水蜜丸
7	企业 A	20210804	水蜜丸	24	企业 B	210604	大蜜丸	41	企业 D	20210702	水蜜丸
8	企业 A	20210904	水蜜丸	25	企业 B	211001	大蜜丸	42	企业 D	20210707	水蜜丸
9	企业 A	20211103	水蜜丸	26	企业 B	211004	大蜜丸	43	企业 D	20210903	水蜜丸
10	企业 A	20211105	水蜜丸	27	企业 B	220101	水蜜丸	44	企业 D	20211001	水蜜丸
11	企业 A	20211107	水蜜丸	28	企业 B	220202	大蜜丸	45	企业 D	20211010	水蜜丸
12	企业 A	20211203	水蜜丸	29	企业 C	20200303	水蜜丸	46	企业 D	20211106	水蜜丸
13	企业 A	20211221	水蜜丸	30	企业 C	20210503	水蜜丸	47	企业 D	20211201	水蜜丸
14	企业 A	20220121	水蜜丸	31	企业 C	20210701	水蜜丸	48	企业 E	5000001	小蜜丸
15	企业 A	20220403	水蜜丸	32	企业 C	20210901	水蜜丸	49	企业 F	210901	大蜜丸
16	企业 B	200402	大蜜丸	33	企业 C	20211001	水蜜丸	50	企业 F	220201	大蜜丸
17	企业 B	201102	水蜜丸	34	企业 C	20211101	水蜜丸	51	企业 G	20210702	大蜜丸

表 2 各成分监测离子对质谱参数

Tab. 2 Mass spectrometry parameters of monitored ion pairs for each component

成分	质荷比(m/z)		碰撞能量 (V)
	母离子	子离子	
甲基麦冬黄烷酮 A	343.117 6	135.044 1 [*]	50
		207.065 3	50
甲基麦冬黄烷酮 B	329.138 3	121.064 9 [*]	50
		207.065 3	50
山麦冬皂苷 B	723.431 4	251.179 4 [*]	50
		269.190 0	50
短葶山麦冬皂苷 C	871.468 6	251.179 4 [*]	50
		269.190 0	50
		287.199 9	50

注: * 为定量离子对。

Note: * refers to quantitative ion pairs.

照品 0.010 40 g、短葶山麦冬皂苷 C 对照品 0.010 90 g,精密称定,置 10 mL 容量瓶中,加甲醇稀释并定容,即得 4 种对照品溶液。

取水蜜丸 6 g 或小蜜丸 9 g,研细,或大蜜丸 9 g,粉碎,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇 25 mL,称定质量,加热回流 30 min,用甲醇补足减失的质量,滤过,取续滤液,即得供试品溶液。

按大蜜丸处方比例及工艺制备缺麦冬的阴性样品,按供试品溶液制备方法制备阴性对照品溶液。

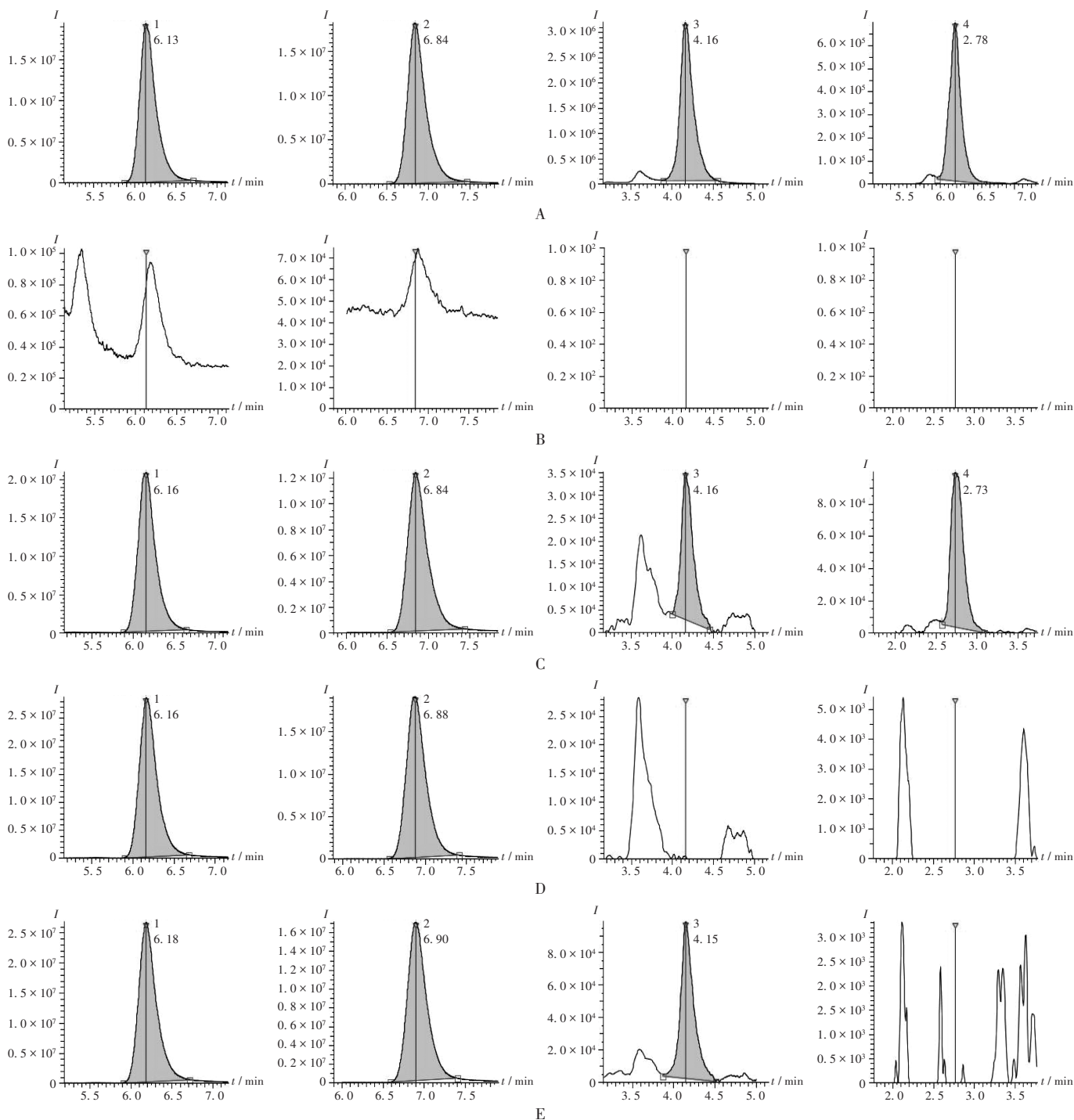
按大蜜丸处方比例及工艺,分别掺入 3%,5%,10%

山麦冬(湖北麦冬和短葶山麦冬),按供试品溶液制备方法制备3%,5%,10%阳性对照品溶液。

2.3 方法学考察

专属性试验:取2.2项下对照品溶液、阴性对照品溶液、10%阳性对照品溶液、供试品溶液(样品序号分

别为9,48)各适量,按2.1项下试验条件进样测定,记录色谱图。结果供试品溶液中均检出麦冬的特征成分,其中1批检出山麦冬的特征性成分,且阴性对照品溶液色谱中均无色谱峰干扰,表明蛤蚧定喘丸中的其他组分对麦冬或山麦冬中这4种成分的测定无干扰。详见图1。



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

A. 对照品溶液 B. 阴性对照品溶液 C. 10%阳性对照品溶液 D - E. 供试品溶液(序号分别为9,48)

图1 离子色谱图

1. Methylophiopogonane A 2. Methylophiopogonane B 3. Liriodendron saponin B 4. Liriodendron muscari baily saponins C

A. Reference solution B. Negative reference solution C. 10% positive reference solution D - E. Test solution (serial numbers 9 and 48, respectively)

Fig.1 Ion chromatograms

表 3 方法学考察结果
Tab. 3 Results of the methodological investigation

成分	回归方程	<i>r</i>	线性范围 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	仪器检测限			<i>RSD</i> (%, <i>n</i> = 6)			加样回收试验(%, <i>n</i> = 6)	
				成分响应 值(ng)	大蜜丸、小蜜 丸(mg/kg)	水蜜丸 (mg/kg)	精密度 试验	稳定性 试验	重复性 试验	平均回收率	<i>RSD</i>
甲基麦冬黄烷酮 A	$Y = 5.463 \times 10^8 X + 1.671 \times 10^6$	0.999 6	0.049~1.234	0.007	0.007	0.010	0.32	1.31	1.52	92.62	2.08
甲基麦冬黄烷酮 B	$Y = 5.639 \times 10^8 X + 2.063 \times 10^6$	0.999 5	0.049~1.235	0.007	0.007	0.010	0.21	1.14	2.21	96.50	2.43
山麦冬皂苷 B	$Y = 1.559 \times 10^6 X + 2.737 \times 10^6$	0.999 0	2.038~50.960	0.061	0.057	0.085	0.29	1.19	1.94	95.64	2.11
短葶山麦冬皂苷 C	$Y = 2.874 \times 10^5 X + 4.693 \times 10^5$	0.999 1	2.136~53.410	0.320	0.297	0.445	0.86	1.33	2.58	97.18	2.17

线性关系考察:取 2.2 项下对照品溶液,加甲醇逐级稀释,制成甲基麦冬黄烷酮 A 质量浓度分别为 0.049, 0.247, 0.494, 0.864, 1.234 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 甲基麦冬黄烷酮 B 质量浓度分别为 0.049, 0.247, 0.494, 0.864, 1.235 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 山麦冬皂苷 B 质量浓度分别为 2.038, 10.192, 20.384, 35.627, 50.960 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 短葶山麦冬皂苷 C 质量浓度分别为 2.136, 10.682, 21.364, 37.387, 53.410 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的系列溶液,按 2.1 项下试验条件进样测定,以峰面积(*Y*)为纵坐标、进样质量浓度(*X*, $\mu\text{g}/\text{mL}$)为横坐标进行线性回归。结果见表 3,表明 4 个成分在各自质量浓度范围内与峰面积线性关系良好。

仪器检测限确定:取 2.2 项下 4 种对照品溶液各适量,多级稀释后按 2.1 项下试验条件进样测定,以信噪比(*S/N*)为 3 时的浓度为仪器检测限,并计算蛤蚧定喘丸(大蜜丸、小蜜丸、水蜜丸)的检测限。结果见表 3。

方法检测限确定:掺伪 3% 的样品溶液中即可检出山麦冬皂苷 B 和短葶山麦冬皂苷 C。但由于收集到的湖北麦冬和短葶山麦冬批次有限,不能整体反映药材中山麦冬皂苷 B 和短葶山麦冬皂苷 C 的含量。故本研究中以山麦冬(湖北麦冬)对照药材中山麦冬皂苷 B 的含量(121.96 mg/kg)和山麦冬(短葶山麦冬)样品中短葶山麦冬皂苷 C 的含量(1 379.24 mg/kg)为基准,因麦冬与山麦冬外形相似,不宜区分,故适当放宽限度,暂订以处方中麦冬(麦冬对照药材)中掺入 10% 的上述湖北麦冬对照药材或短葶山麦冬样品作为方法的检测限。折算到蛤蚧定喘丸中,则蛤蚧定喘丸(大蜜丸、小蜜丸)中山麦冬皂苷 B 的检测限为 0.73 mg/kg 、蛤蚧定喘丸(水蜜丸)中为 1.10 mg/kg ;蛤蚧定喘丸(大蜜丸、小蜜丸)中短葶山麦冬皂苷 C 的检测限为 8.28 mg/kg , 蛤蚧定喘丸(水蜜丸)中为 12.41 mg/kg 。

精密度试验:分别精密吸取 2.2 项下对照品溶液适量,加甲醇稀释成每 1 mL 含甲基麦冬黄烷酮 A 0.494 μg 、甲基麦冬黄烷酮 B 0.494 μg 、山麦冬皂苷 B 20.384 μg 、短葶山麦冬皂苷 C 21.364 μg 的混合对照品溶液,按 2.1 项下试验条件连续进样测定 6 次,记录峰面积。结果

见表 3,表明仪器精密度良好。

稳定性试验:取样品适量,按 2.2 项下方法制备 10% 阳性对照品溶液,分别于制备后 0, 2, 4, 8, 12, 24 h 时按 2.1 项下试验条件进样测定,记录峰面积。结果见表 3,表明 10% 阳性对照品溶液在室温放置 24 h 内稳定性良好。

重复性试验:取样品适量,按 2.2 项下方法平行制备 10% 阳性对照品溶液 6 份,按 2.1 项下试验条件进样测定,记录峰面积,并计算含量。结果见表 3,表明方法重复性良好。

加样回收试验:按大蜜丸处方比例及工艺配制缺麦冬的阴性样品 6 份,分别加入甲基麦冬黄烷酮 A 2.467 μg 、甲基麦冬黄烷酮 B 2.469 μg 、山麦冬皂苷 B 101.920 μg 、短葶山麦冬皂苷 C 106.820 μg ,按 2.2 项下方法制备供试品溶液,按 2.1 项下试验条件进样测定,记录峰面积,并计算回收率。结果见表 3,表明方法准确度良好。

2.4 掺伪结果判定

供试品溶液的离子流色谱图中,应检出与甲基麦冬黄烷酮 A、甲基麦冬黄烷酮 B 对照品相应的色谱峰,不应检出与短葶山麦冬皂苷 C、山麦冬皂苷 B 对照品色谱相应的色谱峰。若检出山麦冬特征成分且峰面积大于 10% 阳性对照品溶液的峰面积,则认为掺杂大于 10%,以此制订山麦冬结果判定原则。

结果判定原则:1)供试品溶液的离子流色谱图中,未出现与山麦冬皂苷 B 或短葶山麦冬皂苷 C 对照品溶液色谱相应的色谱峰,视为山麦冬未检出;2)供试品溶液离子流色谱图中,出现与山麦冬皂苷 B 或短葶山麦冬皂苷 C 对照品溶液色谱相应的色谱峰,且供试品中 *m/z* 723.431 4 $\rightarrow$ 251.179 4 色谱峰面积值或 *m/z* 871.468 6 $\rightarrow$ 251.179 4 色谱峰面积值不大于 10% 阳性对照品溶液中相应的峰面积值,视为山麦冬未检出;3)供试品溶液的离子流色谱图中,出现与山麦冬皂苷 B 或短葶山麦冬皂苷 C 对照品溶液色谱相应的色谱峰,且供试品中 *m/z* 723.431 4 $\rightarrow$ 251.179 4 色谱峰面积值或

表 4 51 批蛤蚧定喘丸样品含量测定结果 (mg / kg)

Tab. 4 Results of the content determination of methylophiopogonanone A, methylophiopogonanone B, liriopeside B, and liriopside muscari baily saponins C in 51 batches of Gejie Dingchuan Pills (mg / kg)

序号	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	序号	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	序号	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
1	1.82	0.96	-	-	18	1.50	0.79	-	-	35	1.57	0.75	-	-
2	2.01	1.03	-	-	19	1.81	0.94	-	-	36	1.37	0.74	-	-
3	2.36	1.24	-	-	20	2.54	1.47	-	-	37	3.76	2.36	-	-
4	1.87	1.18	-	-	21	1.74	0.97	-	-	38	1.99	1.15	3.13	-
5	2.33	1.31	-	-	22	2.48	1.35	-	-	39	3.23	1.79	1.77	-
6	2.11	1.20	-	-	23	2.47	1.47	-	-	40	4.23	2.25	1.79	-
7	2.22	1.25	-	-	24	1.52	0.83	-	-	41	4.05	2.21	1.83	-
8	2.99	2.05	-	-	25	1.63	0.90	-	-	42	4.10	2.23	1.79	-
9	3.12	2.13	-	-	26	1.44	0.80	-	-	43	4.03	2.15	1.60	-
10	3.03	2.01	-	-	27	2.31	1.29	-	-	44	3.61	1.95	2.42	-
11	3.14	2.26	-	-	28	1.54	0.89	-	-	45	5.54	3.06	1.20	-
12	3.20	2.28	-	-	29	1.21	0.84	-	-	46	5.99	3.37	-	-
13	3.08	2.33	-	-	30	1.39	0.72	-	-	47	5.64	3.21	-	-
14	3.33	2.50	-	-	31	1.25	0.70	-	-	48	2.00	1.33	1.51	-
15	3.18	2.32	-	-	32	1.38	0.77	-	-	49	1.16	0.70	-	-
16	1.41	0.81	-	-	33	1.34	0.74	-	-	50	1.64	1.10	-	-
17	2.27	1.28	-	-	34	1.40	0.76	-	-	51	4.63	3.36	-	-

注：- 为未检出。

Note: - refers to not detected.

m/z 871.468 6 $\rightarrow$ 251.179 4 色谱峰面积值大于 10% 阳性对照品溶液中相应的峰面积值, 视为山麦冬检出。

2.5 样品含量测定

取 51 批样品 (序号为 1 - 51), 按 2.2 项下方法制备供试品溶液, 按 2.1 项下试验条件进样测定, 记录峰面积, 并计算含量。根据 2.4 项下掺伪结果判定原则, 51 批样品中均检出麦冬特征成分, 其中 9 批中检出山麦冬特征成分山麦冬皂苷 B, 涉及 2 家生产企业违规生产, 分别为企业 D 生产的 8 批水蜜丸和企业 E 生产的 1 批小蜜丸。详见表 4。

3 讨论

3.1 流动相选择与质谱条件优化

试验初期, 分别采用乙腈 - 0.1% 甲酸溶液、乙腈 - 10 mmol / L 乙酸铵溶液进行等度或梯度洗脱, 结果以乙腈 - 0.1% 甲酸溶液 (50:50, V/V) 为流动相时色谱峰分离效果较好, 故流动相选择乙腈 - 0.1% 甲酸溶液 (50:50, V/V)。分别采用正、负离子扫描模式进行扫描, 最终优选出 2.1.2 项下 4 种组分的正离子扫描模式, 该模式下的干扰少, 定性定量离子响应值高, 并优化出碰撞能量参考值。

3.2 中成药中麦冬混用问题探讨

中成药大多处方复杂、制备工艺和剂型多样, 较难控制其整体质量, 较少有质量标准能完全覆盖处方中

全部药味的质量控制, 尤其当处方中含易混药味 (如麦冬与山麦冬) 时, 更增加了其质控难度。检索 2020 年版《中国药典 (一部)》, 处方含麦冬的中成药有 138 个, 其中仅 37 个中成药有麦冬的薄层鉴别项; 处方含山麦冬的中成药有 3 个, 均无山麦冬的薄层鉴别项。蛤蚧定喘丸的质量标准中就无麦冬的鉴别或检查项, 前期试验发现, 薄层色谱法无法区分蛤蚧定喘丸中投料的是麦冬还是山麦冬, 但近些年国家评价性抽验工作中发现以麦冬为原料的中成药中检出山麦冬的特征性成分的报道屡见不鲜, 且 2022 年国家评价品种蛤蚧定喘丸中亦检出山麦冬的特征性成分, 说明部分药品生产企业依旧缺乏麦冬的真伪鉴别能力或存在失信行为。故建立快速筛查麦冬与山麦冬中特征性成分的液质联用方法十分必要, 在今后的监管工作中仍应重点关注中成药中麦冬的投料问题, 加强对企业原料质量的监管。

3.3 方法评价

本研究中建立的方法快速、准确、可靠, 可用于判断蛤蚧定喘丸中麦冬的投料情况, 也可为其他含麦冬制剂中掺伪山麦冬的监测提供参考。

参考文献

[1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典 (一部) [M]. 北京: 中国医药科技出版社, 2020: 27 - 1725.
[2] 赵佳琛, 王艺涵, 翁倩倩, 等. 经典名方中麦冬的本草考证 [J].