

中图分类号: R932; R284.1; R286.0 文献标志码: A 文章编号: 1006-4931(2026)11-0072-06
doi:10.3969/j.issn.1006-4931.2026.11.013



山麦冬(湖北麦冬)中山麦冬皂苷 B 含量测定 及特征图谱建立*

万丽娟^{1,2}, 龙林^{1,2,3Δ}, 黄茜茜^{1,2}, 翟红伟^{1,2}, 罗寅珠^{1,2}, 胡辉^{1,2,4}, 张帆^{1,2}

(1. 劲牌特正堂药业有限公司, 湖北黄石 435000; 2. 湖北省中药配方颗粒工程技术研究中心, 湖北黄石 435000;
3. 华中农业大学药学院, 湖北武汉 430071; 4. 中药保健食品质量与安全湖北省重点实验室, 湖北黄石 435000)

摘要:目的 建立测定同产地、不同采收期及同采收期、不同产地山麦冬(湖北麦冬)中山麦冬皂苷 B 含量的高效液相色谱(HPLC)法, 并建立特征图谱进一步控制其质量。方法 色谱柱为 Diamonsil Plus C₁₈ 柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm), 流动相为乙腈-水(50:50, V/V), 流速为 1.0 mL/min, 柱温为 30 °C, 检测波长为 203 nm, 进样量为 20 μL。将 24 批同采收期、不同产地山麦冬(湖北麦冬)的 HPLC 图导入中药色谱指纹图谱相似度评价系统(2012 版)生成特征图谱。结果 山麦冬皂苷 B 的质量浓度在 3.233 7~323.374 8 mg/L 范围内与峰面积线性关系良好($R^2 = 1.000 0, n = 7$); 精密密度、稳定性、重复性试验结果的 RSD 均小于 3.0% ($n = 6$); 平均回收率为 99.52%, RSD 为 1.66% ($n = 6$)。15 批同产地、不同采收期山麦冬(湖北麦冬)中山麦冬皂苷 B 的含量为 0.011%~0.082%, 含量差异大, 其中 2 月、3 月、4 月采收期的含量较低, 5 月开始增大, 且 5 月中旬含量最高(0.082%)。24 批同采收期、不同产地山麦冬(湖北麦冬)中山麦冬皂苷 B 的含量为 0.011%~0.062%, 平均 0.026%。特征图谱显示, 共标定 11 个特征峰, 指认出山麦冬皂苷 C、山麦冬皂苷 B 2 个指标性成分。结论 山麦冬(湖北麦冬)的采收期建议为 5 月中旬。所建立的方法操作简便、结果准确、重复性好, 可用于山麦冬(湖北麦冬)中山麦冬皂苷 B 的含量测定及特征图谱建立。

关键词: 高效液相色谱法; 特征图谱; 山麦冬(湖北麦冬); 山麦冬皂苷 B; 含量测定

Content Determination of Liriopesides B in *Liriope Spicata* and Establishment of Characteristic Spectrum

WAN Lijuan^{1,2}, LONG Lin^{1,2,3Δ}, HUANG Qianqian^{1,2}, ZHAI Hongwei^{1,2}, LUO Yinzhui^{1,2}, HU Hui^{1,2,4}, ZHANG Fan^{1,2}

(1. Jing Brand Co. Ltd., Huangshi, Hubei 435000, China; 2. Hubei Traditional Chinese Medicine Formula Granule Engineering Technology Research Center, Huangshi, Hubei 435000, China; 3. College of Pharmacy, Huazhong Agricultural University, Wuhan, Hubei 430071, China; 4. Hubei Provincial Key Laboratory for Quality and Safety of Traditional Chinese Medicine Health Food, Huangshi, Hubei 435000, China)

Abstract: Objective To establish a high-performance liquid chromatography (HPLC) method for the content determination of liriopesides B in *Liriope spicata* samples with different harvesting periods from the same origin, and that in samples with the same harvesting period from the different origins, and to establish their characteristic spectrum for quality control. **Methods** The chromatographic column was Diamonsil Plus C₁₈ column (250 mm × 4.6 mm, 5 μm), the mobile phase was acetonitrile-water (50:50, V/V), the flow rate was 1.0 mL/min, the column temperature was 30 °C, the detection wavelength was 203 nm, and the injection volume was 20 μL. The HPLC chromatograms of 24 batches of *Liriope spicata* harvested at the same period but from different origins were imported into the Chinese Medicine Chromatographic Fingerprint Similarity Evaluation System (2012 Version) to obtain characteristic spectrum. **Results** The linear range of liriopesides B was 3.233 7 - 323.374 8 mg/L ($R^2 = 1.000 0, n = 7$). The RSDs of precision, stability, and repeatability test results were all lower than 3.0% ($n = 6$). The average recovery rate of liriopesides B was 99.52% with an RSD of 1.66% ($n = 6$). The content of liriopesides B in 15 batches of *Liriope spicata* with different harvesting periods from the same origin was in the range of 0.011% - 0.082%, which showed significant variability. The content of liriopesides B was lower during the harvesting periods of February, March, and April, it increased from May and reached its peak in mid-May (0.082%). The content of liriopesides B in 24 batches of *Liriope spicata* with the same harvesting period from different origins was in the range of 0.011% - 0.062%, with an average of 0.026%. The characteristic spectrum identified eleven characteristic peaks and two indicator components (liriopesides C and liriopesides B). **Conclusion** The recommended harvesting period of *Liriope spicata* is mid-May. The established method is simple, accurate, and reproducible, which can be used for the content determination and characteristic spectrum establishment of liriopesides B in *Liriope spicata*.

Key words: HPLC; characteristic spectrum; *Liriope spicata*; liriopesides B; content determination

* 基金项目: 湖北省药品监督管理局科技重大专项课题[2020ACA007-03]。

第一作者: 万丽娟, 女, 硕士研究生, 中级工程师, 研究方向为中药资源与制剂, (电子信箱)75963@jingpai.com。

Δ 通信作者: 龙林, 男, 博士研究生, 高级工程师, 研究方向为药食同源产品的研发, (电子信箱)364003726@qq.com。

山麦冬(湖北麦冬)为百合科植物湖北麦冬 *Liriope spicata* (Thunb.) Lour. var. *prolifera* Y. T. Ma 的干燥块根,夏初采挖,洗净,反复暴晒、堆置,至近干,除去须根,干燥。山麦冬具有养阴生津、润肺清心功效,用于治疗肺燥干咳、阴虚癆嗽、喉痹咽痛、津伤口渴、内热消渴、心烦失眠、肠燥便秘等症^[1]。麦冬为我国常用中药材,主要由川麦冬、浙麦冬、山麦冬三大主流品种组成,山麦冬又分为湖北麦冬和短葶山麦冬,其中湖北麦冬为湖北道地药材,用药历史悠久,主产于湖北省襄阳市、老河口市等汉江流域^[2]。麦冬与山麦冬的功能主治相同,性状差异小,临床易混淆使用,且山麦冬单产高于浙麦冬、川麦冬,约占全国产量的1/2,价格低于麦冬^[3]。麦冬中除主要的皂苷类活性成分外,还具有黄酮类化合物甲基麦冬黄烷酮A和甲基麦冬黄烷酮B,而山麦冬中则不含黄酮类化合物。山麦冬(湖北麦冬)特征性成分为山麦冬皂苷B、山麦冬皂苷C^[4-8]。已有研究表明,山麦冬皂苷B对肺癌、胃癌、鼻咽癌等多种癌症具有抑制作用,有良好的抗肿瘤细胞增殖和促凋亡作用,显著促进肺癌细胞损伤相关分子模式(DAMPs)的释放,可诱导免疫原性细胞死亡。山麦冬皂苷B可能通过抑制Ras同源基因家族成员(Rho)A/Rho相关卷曲螺旋蛋白激酶I(RhoA/ROCK I)信号通路的激活,抑制胃荷瘤大鼠肿瘤生长^[9-12]。2025年版《中国药典(一部)》对其质量控制仅有鉴别项和检查项,故本研究中建立了山

麦冬皂苷B含量测定及特征图谱检测方法,考察不同采收期山麦冬(湖北麦冬)的质量,为完善湖北麦冬药材及其配方颗粒等制剂标准提供参考。现报道如下。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

Agilent 1290型超高效液相色谱(HPLC)仪(美国Agilent公司);AB135-S型电子天平(瑞士Mettler Toledo公司,精度为0.01 mg);OQ015XXM型超纯水系统(英国Elga公司);SK8200LHC型超声处理器(上海科导超声仪器有限公司,功率为500 W,频率为53 kHz)。

1.2 试剂

山麦冬皂苷B对照品(上海诗丹德标准技术服务有限公司,批号为17101,含量为95.9%);山麦冬皂苷C对照品(上海源叶生物科技有限公司,批号为Z16m10L88625,含量为99.0%);甲醇、乙腈均为色谱纯,其他试剂均为分析纯;15批(编号为Y1-Y15)不同采收期(2月至6月)山麦冬(湖北麦冬)药材均采自湖北省钟祥市柴湖镇,24批(编号为S1-S24)不同产地山麦冬(湖北麦冬)药材均采自3月20日,以上药材均由湖北中医药大学杨艳芳教授鉴定为正品。药材信息见表1。

2 方法与结果

2.1 含量测定

2.1.1 色谱条件与系统适用性试验

色谱柱: Diamonsil Plus C₁₈柱(250 mm × 4.6 mm,

表1 山麦冬(湖北麦冬)药材信息

Tab. 1 Information of *Liriope spicata* medicinal materials

编号	批号	采收期	产地	编号	批号	采收期	产地
Y1	HBMDYCCSQ1	2月19日	湖北省钟祥市柴湖镇	S6	HBMDYC06	3月20日	湖北省襄阳市襄城区欧庙镇
Y2	HBMDYCCSQ2	2月25日	湖北省钟祥市柴湖镇	S7	HBMDYC07	3月20日	湖北省襄阳市宜城市王集镇方阁村
Y3	HBMDYCCSQ3	2月29日	湖北省钟祥市柴湖镇	S8	HBMDYC08	3月20日	湖北省襄阳市宜城市王集镇
Y4	HBMDYCCSQ4	3月8日	湖北省钟祥市柴湖镇	S9	HBMDYC09	3月20日	湖北省襄阳市宜城市郑集镇
Y5	HBMDYCCSQ5	3月18日	湖北省钟祥市柴湖镇	S10	HBMDYC10	3月20日	湖北省襄阳市宜城市郑集镇璞河社区
Y6	HBMDYCCSQ6	3月30日	湖北省钟祥市柴湖镇	S11	HBMDYC11	3月20日	湖北省襄阳市宜城市郑集镇璞河社区
Y7	HBMDYCCSQ7	4月8日	湖北省钟祥市柴湖镇	S12	HBMDYC12	3月20日	湖北省襄阳市宜城市郑集镇
Y8	HBMDYCCSQ8	4月17日	湖北省钟祥市柴湖镇	S13	HBMDYC18	3月20日	山东省菏泽市曹县安才楼镇高李庄村
Y9	HBMDYCCSQ9	4月28日	湖北省钟祥市柴湖镇	S14	HBMDYC19	3月20日	山东省菏泽市曹县安才楼镇姚付庄
Y10	HBMDYCCSQ10	5月7日	湖北省钟祥市柴湖镇	S15	HBMDYC20	3月20日	山东省菏泽市曹县安才楼镇高楼村
Y11	HBMDYCCSQ11	5月18日	湖北省钟祥市柴湖镇	S16	HBMDYC21	3月20日	山东省菏泽市单县高老家乡
Y12	HBMDYCCSQ12	5月30日	湖北省钟祥市柴湖镇	S17	HBMDYC22	3月20日	山东省菏泽市单县高老家乡孙庄村
Y13	HBMDYCCSQ13	6月7日	湖北省钟祥市柴湖镇	S18	HBMDYC30	3月20日	山东省菏泽市鄄城县阎什镇
Y14	HBMDYCCSQ14	6月18日	湖北省钟祥市柴湖镇	S19	HBMDYC38	3月20日	湖北省襄阳市襄城区欧庙镇
Y15	HBMDYCCSQ15	6月28日	湖北省钟祥市柴湖镇	S20	HBMDYC39	3月20日	湖北省钟祥市柴湖镇
S1	HBMDYC01	3月20日	湖北省襄阳市襄城区欧庙镇	S21	HBMDYC41	3月20日	湖北省钟祥市旧口镇
S2	HBMDYC02	3月20日	湖北省襄阳市宜城市王集镇	S22	HBMDYC42	3月20日	湖北省襄阳市襄州区东津镇
S3	HBMDYC03	3月20日	湖北省襄阳市宜城市王集镇	S23	HBMDYC43	3月20日	湖北省襄阳市襄州区东津镇
S4	HBMDYC04	3月20日	湖北省襄阳市襄城区欧庙镇	S24	HBMDYC44	3月20日	湖北省襄阳市襄州区东津镇
S5	HBMDYC05	3月20日	湖北省襄阳市襄城区欧庙镇				

5 μm); 流动相: 乙腈 - 水(50:50, V/V); 流速: 1.0 mL/min; 柱温: 30 $^{\circ}\text{C}$; 检测波长: 203 nm; 进样量: 20 μL 。理论板数按山麦冬皂苷B峰计应不低于5 000。

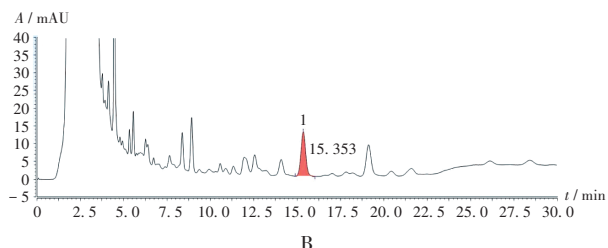
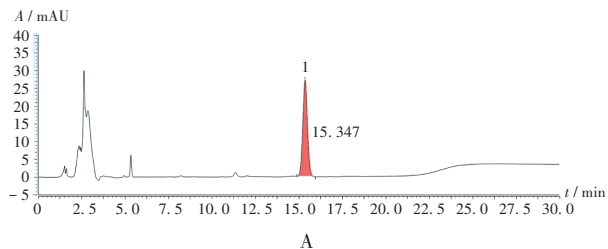
2.1.2 溶液制备

山麦冬皂苷B对照品溶液: 取山麦冬皂苷B对照品适量, 精密称定, 加80%甲醇制成每1 mL含50 μg 的溶液, 即得。

供试品溶液: 取样品粉末(过4号筛)2 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入80%甲醇50 mL, 密塞, 称定质量, 加热回流2 h, 放冷, 再称定质量, 用80%甲醇补足减失的质量, 摇匀, 过滤, 取续滤液25 mL, 蒸干, 残渣用80%甲醇溶解, 转移至10 mL容量瓶中, 加80%甲醇定容, 摇匀, 过滤, 取续滤液, 即得。

2.1.3 方法学考察

专属性试验: 取2.1.2项下对照品溶液和供试品溶液各适量, 按2.1.1项下色谱条件进样测定, 记录色谱图。结果供试品溶液色谱中, 在与对照品溶液色谱相同保留时间处有相应色谱峰出现。详见图1。



1. 山麦冬皂苷B

A. 对照品溶液 B. 供试品溶液

图1 高效液相色谱图

1. Liriopesides B

A. Reference solution B. Test solution

Fig. 1 HPLC chromatograms

线性关系考察: 取山麦冬皂苷B对照品8.430 mg, 精密称定, 置25 mL容量瓶中, 加80%甲醇溶解, 制成质量浓度为323.374 8 mg/L的对照品贮备液I; 取山麦冬皂苷B对照品2.485 mg, 精密称定, 置25 mL容量瓶中, 加80%甲醇溶解, 制成质量浓度为95.324 6 mg/L的对照品贮备液II; 精密吸取对照品贮备液I 1.0 mL, 平行5份, 分别置5, 10, 25, 50, 100 mL容量瓶中, 用80%甲醇定容, 制成质量浓度分别为64.675 0, 32.337 5, 12.935 0, 6.467 5, 3.233 7 mg/L的系列溶液。取系列溶液及对照品贮备液I, II各适量, 按2.1.1项下色谱

条件进样测定, 以质量浓度(X, mg/L)为横坐标, 峰面积(Y)为纵坐标进行线性回归, 得回归方程 $Y = 0.1465X + 0.0938$ ($R^2 = 1.0000$, $n = 7$)。结果表明, 山麦冬皂苷B的质量浓度在3.233 7~323.374 8 mg/L范围内与峰面积线性关系良好。

精密度试验: 取线性关系考察项下山麦冬皂苷B对照品溶液(质量浓度为64.675 0 mg/L)适量, 按2.1.1项下色谱条件连续进样测定6次, 记录峰面积。结果的RSD为0.36% ($n = 6$), 表明仪器精密度良好。

重复性试验: 取样品(编号为S4)适量, 精密称定, 平行6份, 按2.1.2项下方法制备供试品溶液, 记录峰面积, 并计算含量。结果山麦冬皂苷B的平均含量为0.036%, RSD为2.09% ($n = 6$), 表明方法重复性良好。

稳定性试验: 取2.1.2项下供试品溶液(编号为S4)适量, 分别于室温放置0, 2, 6, 10, 14, 18 h时按2.1.1项下色谱条件进样测定, 记录峰面积。结果的RSD为1.48% ($n = 6$), 表明供试品溶液室温放置18 h内稳定性良好。

加样回收试验: 取已知含量的同一批样品(编号为S4, 山麦冬皂苷B含量为0.036%)适量, 精密称定, 平行6份, 分别精密加入山麦冬皂苷B对照品溶液(质量浓度为323.374 8 mg/L) 1.2 mL(以山麦冬皂苷B计0.388 0 mg), 按2.1.2项下方法制备供试品溶液, 按2.1.1项下色谱条件进样测定, 记录峰面积, 并计算回收率。结果见表2, 表明方法准确度良好。

表2 加样回收试验结果 ($n = 6$)

Tab. 2 Results of the recovery test ($n = 6$)

取样量(g)	样品含量(mg)	加入量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)	\bar{X} (%)	RSD(%)
1.061 8	0.384 0	0.388 0	0.772 0	100.00		
1.024 2	0.370 4	0.388 0	0.764 9	101.68		
1.016 7	0.367 7	0.388 0	0.748 8	98.22	99.52	1.66
1.019 2	0.368 6	0.388 0	0.760 9	101.11		
1.026 2	0.371 1	0.388 0	0.750 4	97.76		
1.030 0	0.372 5	0.388 0	0.754 0	98.32		

2.1.4 含量测定

取15批(编号为Y1 - Y15)相同产地、不同采收期及24批(编号为S1 - S24)相同采收期、不同产地的样品各适量, 按2.1.2项下方法制备供试品溶液, 按2.1.1项下色谱条件进样测定, 记录峰面积, 并按外标法计算含量。结果见表3和表4。可见, 15批不同采收期山麦冬(湖北麦冬)药材中山麦冬皂苷B含量差异较大, 2月、3月、4月采收期的山麦冬皂苷B含量较低, 5月开始增大, 且5月中旬含量最高; 24批相同采收期山麦冬(湖北麦冬)药材中山麦冬皂苷B含量差异较大, 含量范围为0.011%~0.062%, 均值为0.026%, 均值 \pm 30%范围为0.018%~0.034%, 均值 \pm 标准差(SD)范围为

表3 15批相同产地、不同采收期山麦冬(湖北麦冬)药材中山麦冬皂苷B含量测定结果(%)

Tab. 3 Results of the content determination of liriopesides B in 15 batches of *Liriope spicata* with different harvesting periods from the same origin (%)

编号	采收期	含量	编号	采收期	含量
Y1	2月19日	0.011	Y9	4月28日	0.043
Y2	2月25日	0.012	Y10	5月7日	0.059
Y3	2月29日	0.011	Y11	5月18日	0.082
Y4	3月8日	0.017	Y12	5月30日	0.064
Y5	3月18日	0.017	Y13	6月7日	0.075
Y6	3月30日	0.018	Y14	6月18日	0.079
Y7	4月8日	0.017	Y15	6月28日	0.080
Y8	4月17日	0.028			

表4 24批相同采收期、不同产地山麦冬(湖北麦冬)药材中山麦冬皂苷B含量测定结果(%)

Tab. 4 Results of the content determination of liriopesides B in 24 batches of *Liriope spicata* with the same harvesting period from different origins (%)

编号	含量	编号	含量	编号	含量
S1	0.032	S9	0.013	S17	0.020
S2	0.023	S10	0.032	S18	0.037
S3	0.020	S11	0.024	S19	0.022
S4	0.038	S12	0.032	S20	0.015
S5	0.062	S13	0.045	S21	0.015
S6	0.035	S14	0.017	S22	0.017
S7	0.026	S15	0.028	S23	0.013
S8	0.027	S16	0.023	S24	0.011

0.014%~0.038%。若要求山麦冬(湖北麦冬)药材中山麦冬皂苷B含量不得低于0.018%,则24批药材中有7批低于0.018%标准;若要求山麦冬(湖北麦冬)药材中山麦冬皂苷B含量不得低于0.014%,则24批药材中仅3批低于0.014%标准。故拟订山麦冬(湖北麦冬)药材中山麦冬皂苷B含量不得低于0.014%。

2.2 特征图谱

2.2.1 色谱条件与系统适用性试验

色谱柱: Diamonsil Plus C₁₈柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm);流动相:乙腈(A) - 水(B),梯度洗脱(0~5 min时20%A,5~50 min时20%A → 70%A);流速:1.0 mL/min;检测波长:203 nm;柱温:30 °C;进样量:20 μL。理论板数以山麦冬皂苷B峰计应不低于5 000。

2.2.2 溶液制备

供试品溶液:取样品2.0 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,加水25 mL,密塞,超声使溶解,用水饱和正丁醇振摇提取2次,每次25 mL,合并正丁醇液,蒸干,残渣加30%甲醇适量使溶解,转移至5 mL容量瓶中,加30%甲醇定容,摇匀,过滤,取续滤液,即得。

山麦冬皂苷C对照品溶液:取山麦冬皂苷C对照品适量,精密称定,加80%甲醇制成每1 mL含50 μg的溶液,即得。

2.2.3 方法学考察

精密度试验:取样品(编号为S1)适量,精密称定,按2.2.2项下方法制备供试品溶液,按2.2.1项下色谱条件连续进样测定6次,记录峰面积和色谱图,并将图谱导入相似度评价系统计算相似度。结果各图谱的相似度均大于0.99,山麦冬皂苷C、山麦冬皂苷B峰面积的RSD分别为0.87%,0.23%(n=6),表明仪器精密度良好。

重复性试验:取样品(编号为S1)适量,精密称定,平行6份,按2.2.2项下方法制备供试品溶液,按2.2.1项下色谱条件进样测定,记录峰面积和色谱图,并将图谱导入相似度评价系统计算相似度。结果各图谱的相似度均大于0.99,山麦冬皂苷C、山麦冬皂苷B峰面积的RSD分别为1.64%,0.86%(n=6),表明方法重复性良好。

稳定性试验:取样品(编号为S1)适量,精密称定,按2.2.2项下方法制备供试品溶液,分别于室温放置0,3,6,9,12,24 h时按2.2.1项下色谱条件进样测定,记录峰面积和色谱图,并将图谱导入相似度评价系统计算相似度。结果各图谱的相似度均大于0.99,山麦冬皂苷C、山麦冬皂苷B峰面积的RSD分别为1.31%,0.42%(n=6),表明供试品溶液室温放置24 h内稳定性良好。

2.2.4 特征峰指认

取2.1.2项下山麦冬皂苷B对照品溶液和2.2.2项下山麦冬皂苷C对照品溶液、供试品溶液各适量,按2.2.1项下色谱条件进样测定,以保留时间相近为原则,通过与对照品比对,指认山麦冬皂苷C、山麦冬皂苷B 2个特征共有峰。详见图2。

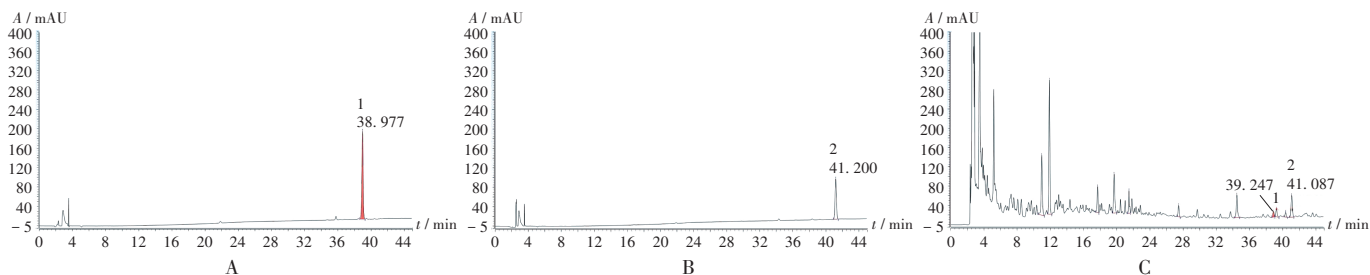
2.2.5 特征图谱测定

取24批(编号为S1 - S24)山麦冬(湖北麦冬)各适量,按2.2.2项下方法制备供试品溶液,按2.2.1项下色谱条件进样测定,记录色谱图,导入中药色谱指纹图谱相似度评价系统(2012版)生成特征图谱。结果24批山麦冬(湖北麦冬)特征图谱显示11个特征峰。详见图3。以山麦冬皂苷B参照物峰对应的峰为S峰,计算各峰与S峰的相对保留时间。结果见表5。根据24批山麦冬(湖北麦冬)特征图谱的相对保留时间,规定各峰与S峰的相对保留时间分别为0.27(峰1)、0.29(峰2)、0.43(峰3)、0.48(峰4)、0.55(峰5)、0.66(峰6)、0.84(峰7)、0.95(峰8)、0.96(峰9)、0.98(峰10)。其中,相对保留时间应在规定值 ± 10% 范围内。

3 讨论

3.1 采收期确定

不同采收期山麦冬(湖北麦冬)中山麦冬皂苷B含量差异较大,2月、3月、4月山麦冬皂苷B含量均较低,



1. 山麦冬皂苷 C 2. 山麦冬皂苷 B
A - B. 对照品溶液 C. 供试品溶液

图2 高效液相色谱图

1. Liriopesides C 2. Liriopesides B
A - B. Reference solution C. Test solution

Fig. 2 HPLC chromatograms

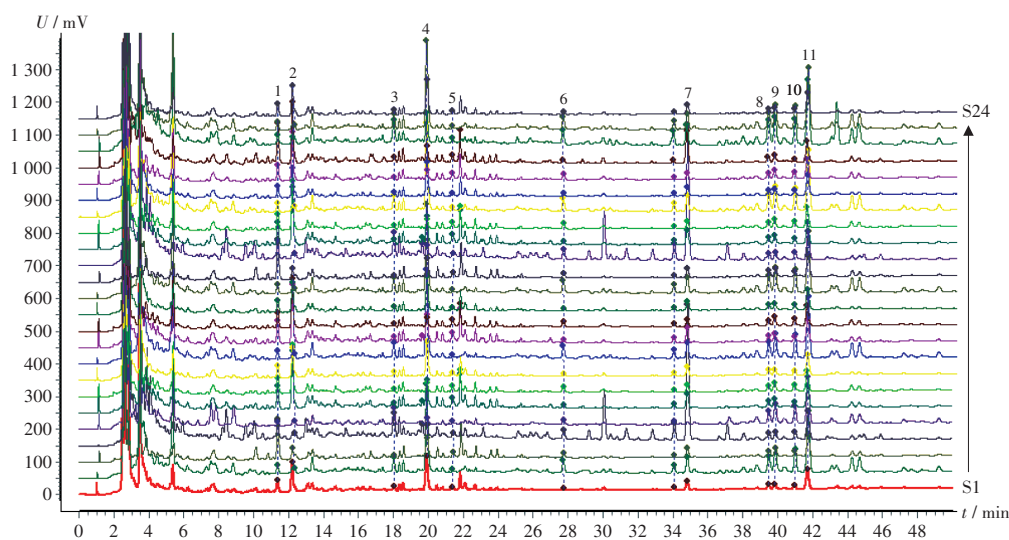


图3 24批山麦冬(湖北麦冬)高效液相色谱叠加特征图谱

Fig. 3 HPLC overlay characteristic spectrum of 24 batches of *Liriope spicata*

5月开始增大,且5月中旬含量最高。与2025年版《中国药典(一部)》中规定山麦冬在夏初采挖的采收期一致。《湖北省地方标准:中药材 山麦冬(湖北麦冬)生产技术规程》(DB42/T 2024—2023)规定,湖北麦冬的采收期为2月中旬至3月中下旬的晴天。本研究中所购山麦冬(湖北麦冬)药材的采收期为2月至3月,2025年版《中国药典(一部)》中只规定了麦冬中总皂苷含量,即便未按药典规定的采收期采收,含量也符合药典标准。综合考虑,本研究中暂订山麦冬(湖北麦冬)药材中山麦冬皂苷B含量不得低于0.014%,在此限度下,采用含量更高的饮片制备配方颗粒,含量更易达标。而药材要尽量在夏初采收,而非当前市场上的2月至3月采收,提前采收,山麦冬皂苷B含量偏低,难以制备出含量合格的配方颗粒。故采收期建议选择5月。

3.2 含量测定

色谱条件选择:预试验中比较了蒸发光检测器和紫外检测器对含量测定结果的影响,结果显示,山麦冬皂苷B在203 nm波长下的响应值较大,故检测器选择

紫外检测器。比较了不同流动相(乙腈-水)梯度(40:60, 45:55, 50:50, 50:50, V/V)对含量测定结果的影响,结果显示,流动相为乙腈-水(50:50, V/V)时,山麦冬皂苷B的出峰时间适宜,分离度较好,故流动相选择乙腈-水(50:50, V/V)。比较了不同色谱柱[Diamonsil Plus C₁₈柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm), YMC C₁₈柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm), Kromasil 100-5-C₁₈柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm)]对含量测定结果的影响,结果显示,色谱柱对含量测定结果的影响较小,故色谱柱选择Diamonsil Plus C₁₈柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm)。

提取方法选择:预试验中比较了不同提取方法[正丁醇萃取,不同体积分数(30%, 50%, 80%)甲醇加热回流提取]对含量测定结果的影响,结果显示,以80%甲醇加热回流提取时山麦冬皂苷B的含量最高,故提取方法选择80%甲醇回流提取。

含量测定结果:由表4可见,湖北省襄阳市、湖北省钟祥市和山东省菏泽市产地24批山麦冬(湖北麦冬)中山麦冬皂苷B的含量差异较大,不同产地和同产地、不

表5 24批山麦冬(湖北麦冬)的相对保留时间

Tab. 5 Relative retention time of 24 batches of *Liriope spicata*

编号	峰1	峰2	峰3	峰4	峰5	峰6	峰7	峰8	峰9	峰10	峰11(S)
S1	0.273	0.292	0.431	0.476	0.546	0.664	0.835	0.947	0.956	0.984	1.00
S2	0.273	0.292	0.436	0.476	0.546	0.664	0.834	0.947	0.956	0.984	1.00
S3	0.272	0.292	0.431	0.475	0.547	0.663	0.833	0.947	0.954	0.984	1.00
S4	0.272	0.292	0.431	0.474	0.546	0.662	0.832	0.947	0.954	0.984	1.00
S5	0.272	0.295	0.430	0.474	0.546	0.662	0.831	0.947	0.951	0.984	1.00
S6	0.272	0.292	0.431	0.474	0.547	0.662	0.832	0.949	0.956	0.984	1.00
S7	0.272	0.292	0.431	0.474	0.546	0.661	0.832	0.947	0.952	0.984	1.00
S8	0.273	0.292	0.431	0.475	0.547	0.664	0.832	0.947	0.954	0.984	1.00
S9	0.273	0.293	0.436	0.476	0.547	0.664	0.832	0.947	0.957	0.984	1.00
S10	0.273	0.293	0.431	0.472	0.546	0.663	0.834	0.947	0.954	0.984	1.00
S11	0.273	0.296	0.431	0.476	0.546	0.664	0.836	0.947	0.954	0.984	1.00
S12	0.273	0.293	0.431	0.474	0.547	0.665	0.834	0.947	0.956	0.984	1.00
S13	0.273	0.293	0.432	0.477	0.547	0.665	0.835	0.947	0.956	0.984	1.00
S14	0.273	0.293	0.432	0.477	0.547	0.665	0.838	0.947	0.956	0.984	1.00
S15	0.273	0.293	0.432	0.481	0.547	0.666	0.837	0.947	0.956	0.984	1.00
S16	0.273	0.296	0.432	0.477	0.546	0.666	0.845	0.947	0.956	0.984	1.00
S17	0.273	0.293	0.431	0.481	0.547	0.665	0.841	0.947	0.956	0.984	1.00
S18	0.273	0.293	0.436	0.481	0.546	0.666	0.839	0.947	0.956	0.984	1.00
S19	0.273	0.292	0.435	0.480	0.546	0.668	0.841	0.947	0.956	0.984	1.00
S20	0.272	0.292	0.431	0.475	0.547	0.667	0.834	0.947	0.956	0.984	1.00
S21	0.272	0.292	0.436	0.474	0.546	0.665	0.837	0.947	0.957	0.984	1.00
S22	0.272	0.292	0.435	0.472	0.545	0.661	0.832	0.947	0.957	0.984	1.00
S23	0.272	0.291	0.430	0.473	0.545	0.663	0.832	0.947	0.957	0.984	1.00
S24	0.272	0.292	0.436	0.473	0.546	0.663	0.832	0.947	0.954	0.984	1.00
\bar{X}	0.27	0.29	0.43	0.48	0.55	0.66	0.84	0.95	0.96	0.98	1.00
RSD(%)	0.18	0.42	0.50	0.56	0.11	0.27	0.42	0.04	0.16	0	0

同批次的含量也存在较大差异,含量为0.011%~0.062%,平均0.026%, $\bar{X} \pm SD$ 范围为0.014%~0.038%,故拟订山麦冬(湖北麦冬)药材中山麦冬皂苷B含量不得低于0.014%。24批相同采收期、不同产地样品中仅3批低于0.014%标准。

3.3 特征图谱

由图3可见,指认出山麦冬皂苷C、山麦冬皂苷B 2个特征性成分,并确定了其他9个特征峰,并以山麦冬皂苷B为S峰,规定了其他峰的相对保留时间。另外,麦冬中含麦冬皂苷C、麦冬皂苷D、麦冬龙脑苷、麦冬皂苷元-3-O- α -L-吡喃鼠李糖基-(1-2)- β -D-吡喃葡萄糖苷、重楼皂苷VI、甲基麦冬二氢高异黄酮A、甲基麦冬二氢高异黄酮A等成分^[13-15],但均未在山麦冬(湖北麦冬)中检出。山麦冬皂苷C、山麦冬皂苷B为湖北麦冬特有成分,在短葶山麦冬、浙麦冬、川麦冬中均未检出。故针对湖北麦冬特征图谱的检测方法可用

于区分湖北麦冬与其他麦冬。

3.4 方法评价

本研究中建立的方法操作简便、结果准确、重复性好,可用于山麦冬(湖北麦冬)中山麦冬皂苷B的含量测定及特征图谱建立。

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, 2025: 27-28.
- [2] 邱旭晨. 麦冬与伪品山麦冬的质量评价及在中成药中的应用[D]. 哈尔滨: 哈尔滨商业大学, 2023.
- [3] 雷蓉, 刘亚茹, 袁浩, 等. UPLC-MS/MS法结合多元统计分析麦冬和湖北麦冬中多指标成分[J]. 中药材, 2024, 47(1): 137-142.
- [4] 郝雨, 焦其树, 周严严, 等. 麦冬与山麦冬饮片及标准汤剂的薄层色谱鉴别[J]. 中国实验方剂学杂志, 2020, 26(15): 124-129.
- [5] 李小辉, 袁名睿, 陆雪萍, 等. 麦冬的化学成分研究[J]. 中草药, 2021, 52(13): 3804-3809.
- [6] 周恒, 曹依敏, 陈铭, 等. UHPLC-MS/MS法测定坤宝丸中麦冬及其掺伪品的4种特征成分[J]. 中成药, 2022, 44(6): 1929-1933.
- [7] 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.
- [8] 张炜, 宋文静, 武嘉庚, 等. UPLC-MS/MS法检测妇康宁片中掺加的山麦冬[J]. 中成药, 2017, 39(4): 867-869.
- [9] 臧海洋, 杨君伶, 陈秋峰, 等. 山麦冬皂苷B调节DAMPs释放诱导免疫源性细胞死亡的抗肿瘤机制研究[J]. 辽宁中医杂志, 2024, 51(11): 150-153.
- [10] CHENG ZY, LI ZH, GU L, et al. Ophiopogonin B alleviates cisplatin resistance of lung cancer cells by inducing Caspase-1/GSDMD dependent pyroptosis[J]. J Cancer, 2022, 13(2): 715-727.
- [11] LI LQ, GAO Q, WANG J, et al. Induction of ferroptosis by ophiopogonin-B through regulation the gene signature AURKA in NSCLC[J]. Front Oncol, 2022, 12: 833814.
- [12] DONG WH, DONG Q, DING HR. Ophiopogonin B induces reactive oxygen species-dependent apoptosis through the Hippo pathway in nasopharyngeal carcinoma[J]. Mol Med Rep, 2021, 24(1): 534.
- [13] 周海琴, 海丰, 胡剑虹, 等. 基于UPLC-CAD的不同产地麦冬及不同基原山麦冬药材鉴别研究[J]. 亚太传统医药, 2024, 20(2): 24-28.
- [14] 刘斌, 张力伟, 王煦辰, 等. UPLC-MS/MS同时测定麦冬配方颗粒中4个成分的含量及山麦冬成分的检查[J]. 中国现代中药, 2024, 26(1): 144-151.
- [15] 高晗, 胡栋斌, 李果, 等. 浙麦冬化学成分、药理作用及分子生物学研究进展[J]. 中国中药杂志, 2024, 49(21): 5805-5816.

(收稿日期: 2024-11-19; 修回日期: 2025-12-27)