

UPLC-MS/MS法同时测定沙参麦冬汤中9种成分的含量^Δ

吴茵^{1*},王蕊²,任炳楠¹,孙源¹,刘勇¹,张黎媛¹(1.河北省人民医院药学部,石家庄 050051;2.河北中
医学院中医诊断教研室,石家庄 050071)

中图分类号 R917 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2016)09-1240-05

DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2016.09.28

摘要 目的:建立同时测定沙参麦冬汤中芦丁、甘草苷、补骨脂素、花椒毒素、佛手苷内酯、甘草酸铵、麦冬皂苷D、甲基麦冬二氢高异黄酮A、甲基麦冬二氢高异黄酮B含量的方法。方法:采用超高效液相色谱-串联质谱法。色谱柱为Phenomenex Kinetex C₁₈,流动相为乙腈-0.1%甲酸(梯度洗脱),流速为0.3 ml/min,柱温为25℃,进样器温度为10℃,平衡时间为2 min,进样量为5 μl。离子化模式为电喷雾电离,源喷射电压分别为5 500 V、-4 500 V,雾化气压力为4.14×10⁵ Pa,加热气压力为4.48×10⁵ Pa,帘气压力为1.72×10⁵ Pa,离子源温度为650℃,工作模式为多反应监测模式。结果:芦丁、甘草苷、补骨脂素、花椒毒素、佛手苷内酯、甘草酸铵、麦冬皂苷D、甲基麦冬二氢高异黄酮A和甲基麦冬二氢高异黄酮B的检测质量浓度线性范围分别为1.75~700、5.00~1 997、0.95~380、1.75~700、2.00~800、7.00~2 799、2.38~950、0.38~151、0.43~171 ng/ml(*r*为0.999 2、0.999 7、0.999 0、0.999 1、0.999 8、0.999 3、0.999 5、0.999 7、0.999 0);精密性、稳定性、重复性试验的RSD≤3.0%;加样回收率分别为98.76%~107.60%、92.57%~105.80%、92.30%~103.10%、93.20%~108.10%、94.62%~99.20%、95.08%~104.80%、95.71%~104.80%、94.54%~105.50%、94.50%~103.00%,RSD分别为1.7%、2.9%、2.1%、3.0%、1.2%、2.6%、1.9%、2.3%、1.6%(*n*=6)。结论:该方法快速、简便、准确可靠,适用于同时测定沙参麦冬汤中9种成分的含量。

关键词 超高效液相色谱-串联质谱法;沙参麦冬汤;定量;多反应监测模式

Simultaneous Determination of 9 Ingredients in Shasheng Maidong Decoction by UPLC-MS/MS

WU Yin¹, WANG Rui², REN Bingnan¹, SUN Yuan¹, LIU Yong¹, ZHANG Liyuan¹ (1.Dept. of Pharmacy, Hebei People's Hospital, Shijiazhuang 050051, China; 2.Dept. of TCM Diagnosis, Hebei University of Chinese Medicine, Shijiazhuang 050071, China)

ABSTRACT OBJECTIVE: To establish a method for the contents determination of rutin, liquiritin, psoralen, xanthotoxin, bergapten, ammonium glycyrrhetate, ophiopogonin D, methylophiopogonanone A and methylophiopogonanone B in Shasheng maidong decoction. METHODS: UPLC-MS/MS was conducted. The column of UPLC was Phenomenex Kenetix C₁₈ with mobile phase of acetonitrile solution -0.1% formic acid (gradient elution) at a flow rate of 0.3 ml/min, the column temperature was 25℃, injector temperature was 10℃, equilibrium time was 2 min and the injection volume was 5 μl. Ionization mode was electrospray ionization with spray voltage of 5 500 V and -4 500 V, atomizing air pressure was 4.14×10⁵ Pa, heater pressure was 4.48×10⁵ Pa, curtain air was 1.72×10⁵ Pa, and the ion source temperature was 650℃, the work mode was multiple reaction monitoring mode. RESULTS: The linear range was 1.75-700 ng/ml (*r*=0.999 2) for rutin, 5.00-1 997 ng/ml (*r*=0.999 7) for liquiritin, 0.95-380 ng/ml (*r*=0.999 0) for psoralen, 1.75-700 ng/ml (*r*=0.999 1) for xanthotoxin, 2.00-800 ng/ml (*r*=0.999 8) for bergapten, 7.00-2 799 ng/ml (*r*=0.999 3) for ammonium glycyrrhetate, 2.38-950 ng/ml (*r*=0.999 5) for ophiopogonin D, 0.38-151 ng/ml (*r*=0.999 7) for methylophiopogonanone A, and 0.43-171 ng/ml (*r*=0.999 0) for methylophiopogonanone B; RSDs of precision, stability and reproducibility tests were no more than 3.0%; recoveries were 98.76%-107.60% (RSD=1.7%), 92.57%-105.80% (RSD=2.9%), 92.30%-103.10% (RSD=2.1%), 93.20%-108.10% (RSD=3.0%), 94.62%-99.20% (RSD=1.2%), 95.08%-104.80% (RSD=2.6%), 95.71%-104.80% (RSD=1.9%), 94.54%-105.50% (RSD=2.3%) and 94.50%-103.00% (RSD=1.6%), respectively (*n*=6). CONCLUSIONS: The method is rapid, simple, accurate and reliable, and suitable for 9 ingredients in Shasheng maidong decoction.

KEYWORDS UPLC-MS/MS; Shasheng maidong decoction; Quantification; Multiple reaction monitoring model

- [2] 陆超,吴磊,钱芳,等.胃癌安合剂的质量标准研究[J].中国药房,2015,26(3):396.
[3] 国家药典委员会.中华人民共和国药典:一部[S].2015年版.北京:中国医药科技出版社,2015:103、302、303、352.
[4] 朱田密,胡晓雪,陈树和,等.痔科消炎止痛洗剂质量标准

的建立[J].中国药师杂志,2015,18(8):1391.

- [5] 胡娟,吴志生,黄美霞,等.中药复方制剂质量控制中含量测定指标的选择思路[J].福建中医学院学报,2008,18(3):71.
[6] 钱芳,周晓雯.HPLC法测定清肠化湿颗粒中盐酸小檗碱的含量[J].中医药导报,2015,21(6):51.
[7] 金丽,周建丽,张晓丹,等.复方呋喃西林滴鼻液质量标准提高研究[J].解放军药学学报,2015,31(1):61.

^Δ基金项目:河北省医学科学研究重点课题计划(No.ZL20140340);河北省中医药类科研计划课题(No.2014152)

*主管药师,博士。研究方向:中药质量控制及体内药动学。电话:0311-85988998。E-mail:wuyin82@163.com

(收稿日期:2015-08-05 修回日期:2015-10-19)

(编辑:张静)

沙参麦冬汤源于温病学代表著作《温病条辨》，是清代名医吴鞠通为治疗温病后期燥伤脾胃阴液而创立。该方由北沙参、麦冬、甘草、桑叶、玉竹、白扁豆、天花粉组成，是清养脾胃，生津润燥的代表方剂，为清金保肺的要药。现代药理学研究表明，沙参麦冬汤有抗炎^[1]、抗肿瘤^[2-3]、调节免疫功能的作用^[4-5]，临床常用于治疗呼吸系统疾病且疗效显著。

目前，国内外学者对沙参麦冬汤进行了多层面研究^[6-10]，主要包括有效成分的活性研究、临床观察、药效学以及复方配伍研究，但尚未见有对该汤剂的多组分进行定量分析和质量控制的报道。因此，笔者采用超高效液相色谱-串联质谱(UPLC-MS/MS)法建立了同时测定沙参麦冬汤中芦丁、甘草苷、补骨脂素、花椒毒素、佛手苷内酯、甘草酸铵、麦冬皂苷D、甲基麦冬二氢高异黄酮A和甲基麦冬二氢高异黄酮B 9种主要有效成分含量的方法。

1 材料

1.1 仪器与软件

AB Sciex QTRAPTM 5500型串联四极杆线性离子阱质谱仪，含有电喷雾离子化源和三重四极杆线性离子阱串联质量分析器(美国应用生物系统公司)；LC-30A型UPLC仪，配有30AD型二元高压梯度泵、CTO30A型柱温箱、SIL30AC型自动进样器(日本岛津公司)；Analyst 1.6.1数据采集软件(美国应用生物系统公司)；BP211D型十万分之一分析天平[北京赛多利斯科学仪器(北京)有限公司]；LG16-B型高速离心机(北京雷勃尔离心机有限公司)。

1.2 试剂

芦丁对照品(批号：110809-200503)、甘草苷对照品(批号：111610-201005)、补骨脂素对照品(批号：110739-200613)均购自中国食品药品检定研究院，纯度均>98%；花椒毒素对照品(批号：20140521)、佛手苷内酯对照品(批号：20140514)、甘草酸铵对照品(批号：110731-200614)、麦冬皂苷D对照品(批号：20140305)、甲基麦冬二氢高异黄酮A对照品(批号：20140617)、甲基麦冬二氢高异黄酮B对照品(批号：20140612)均购自南京春秋生物科技有限公司，纯度均>98%；甲醇、乙腈、甲酸为色谱纯，水为娃哈哈纯净水。

1.3 药材

北沙参(批号：15061801，产地：河北)、麦冬(批号：141102cp132、150701cp132，产地：四川)、玉竹(批号：14110501，产地：湖南)、天花粉(批号：141102cp033，产地：河北)、白扁豆(批号：20140108，产地：河北)、桑叶(批号：14002109，产地：河北)、甘草(批号：14100901，产地：内蒙古)等药材均购自国药乐仁堂石家庄药材有限公司，均经河北省人民医院陈太平主任中药师鉴定为北沙参 *Glehnia littoralis* Fr. Schmidt ex Miq.、麦冬 *Ophiopogon japonicus* (L.f) Ker-Gawl.、玉竹 *Polygonatum odoratum* (Mill.) Druce、天花粉 *Trichosanthes Radix*、白扁豆 *Dolichos lablab* L.、桑叶 *Morus alba* L.、甘草 *Glycyrrhizae Radix et Rhizoma*，均符合2015年版《中国药典》(一部)的药品标准。

2 方法与结果

2.1 液-质条件

2.1.1 液相条件 色谱柱：Phenomenex kinetex C₁₈(50 mm×3 mm，2.6 μm)；流动相：乙腈(A)-0.1%甲酸(B)，梯度洗脱(洗脱程序见表1)；流速：0.3 ml/min，柱温：25℃；进样器温度：10℃；平衡时间：2 min；进样量：5 μl。

2.1.2 质谱条件 离子化模式：电喷雾电离；源喷射电压：

表1 梯度洗脱程序

Tab 1 Gradient elution procedure

时间,min	A,%	B,%	流速,ml/min
0~7	15~75	75~15	0.3
7~7.1	75~15	15~75	0.3
7.1~9	15~15	75~75	0.3

5 500V、-4 500 V；雾化气压力：4.14×10⁵ Pa；加热气压力：4.48×10⁵ Pa；帘气压力：1.72×10⁵ Pa；离子源温度：650℃；工作模式：多反应监测模式(MRM)，正负离子同时监测。芦丁、甘草苷、甘草酸铵、甲基麦冬二氢高异黄酮A和甲基麦冬二氢高异黄酮B采用负离子模式(ESI⁻)监测；补骨脂素、花椒毒素、佛手苷内酯和麦冬皂苷D采用正离子模式(ESI⁺)监测。9种待测成分的保留时间(t_R)、监测离子对、解簇电压(DP)和碰撞能量(CE)见表2；二级质谱图见图1。

表2 保留时间与主要质谱参数

Tab 2 Retention time and main mass parameters

待测成分	t _R ,min	监测离子对,m/z	DP,V	CE,eV
芦丁	1.86	609.1→300.2	-100	-54
甘草苷	1.92	417.1→255.0	-100	-28
补骨脂素	3.59	187.1→131.1	100	33
花椒毒素	3.78	217.1→202.0	130	27
佛手苷内酯	4.18	217.1→202.0	130	27
甘草酸铵	4.12	822.4→351.1	-100	-56
麦冬皂苷D	5.25	855.8→287.3	100	25
甲基麦冬二氢高异黄酮A	6.24	341.1→178.0	-90	-40
甲基麦冬二氢高异黄酮B	6.37	327.1→178.0	-90	-34

2.2 溶液的制备

2.2.1 混合对照品溶液 分别精密称取芦丁、甘草苷、补骨脂素、花椒毒素、佛手苷内酯、甘草酸铵、麦冬皂苷D、甲基麦冬二氢高异黄酮A和甲基麦冬二氢高异黄酮B对照品14.01、19.97、15.20、14.02、16.03、27.99、19.00、15.03、17.04 mg，分别置于100 ml量瓶中，加甲醇溶解并定容，摇匀；再用甲醇稀释得质量浓度分别为14.01、39.94、7.60、14.00、16.03、55.98、19.00、3.01、3.41 μg/ml的各对照品贮备液。精密量取上述各对照品贮备液0.5 ml，置于10 ml量瓶中，加50%乙腈定容，摇匀，制成每1 ml中含芦丁、甘草苷、补骨脂素、花椒毒素、佛手苷内酯、甘草酸铵、麦冬皂苷D、甲基麦冬二氢高异黄酮A、甲基麦冬二氢高异黄酮B 700、1 997、380、700、800、2 799、950、151、171 ng的混合对照品溶液。

2.2.2 供试品溶液 按处方比例1/3的量(北沙参3 g、麦冬3 g、玉竹2 g、桑叶1.5 g、扁豆1.5 g、花粉1.5 g、甘草1 g)准确称取各味药材，混合后加140 ml水回流提取20 min，滤过提取液；药渣再加110 ml水提取15 min，再次滤过提取液；合并2次水提取液，即得沙参麦冬汤的供试品贮备液。平行制备3个批次(批号分别为20150711、20150713、20150715)作为样品溶液于4℃冰箱冷藏，备用。精密吸取各样品溶液1 ml，置于10 ml量瓶中，加水定容，以半径为10 cm、12 000 r/min离心10 min，再经0.22 μm微孔滤膜滤过，取续滤液，即得。

2.3 线性关系考察

将“2.2.1”项下混合对照品溶液按以下步骤逐倍稀释，依次制得6个系列浓度的混合对照品溶液：①精密量取“2.2.1”项下混合对照品溶液5 ml，置于10 ml量瓶中，加50%乙腈稀释至刻度，作为1号混合对照品溶液；②精密量取1号混合对照品溶液5 ml，置于10 ml量瓶中，加50%乙腈稀释至刻度，作为2号混合对照品溶液；③精密量取2号混合对照品溶液2 ml，置于10 ml量瓶中，加50%乙腈稀释至刻度，作为3号混合对照品溶

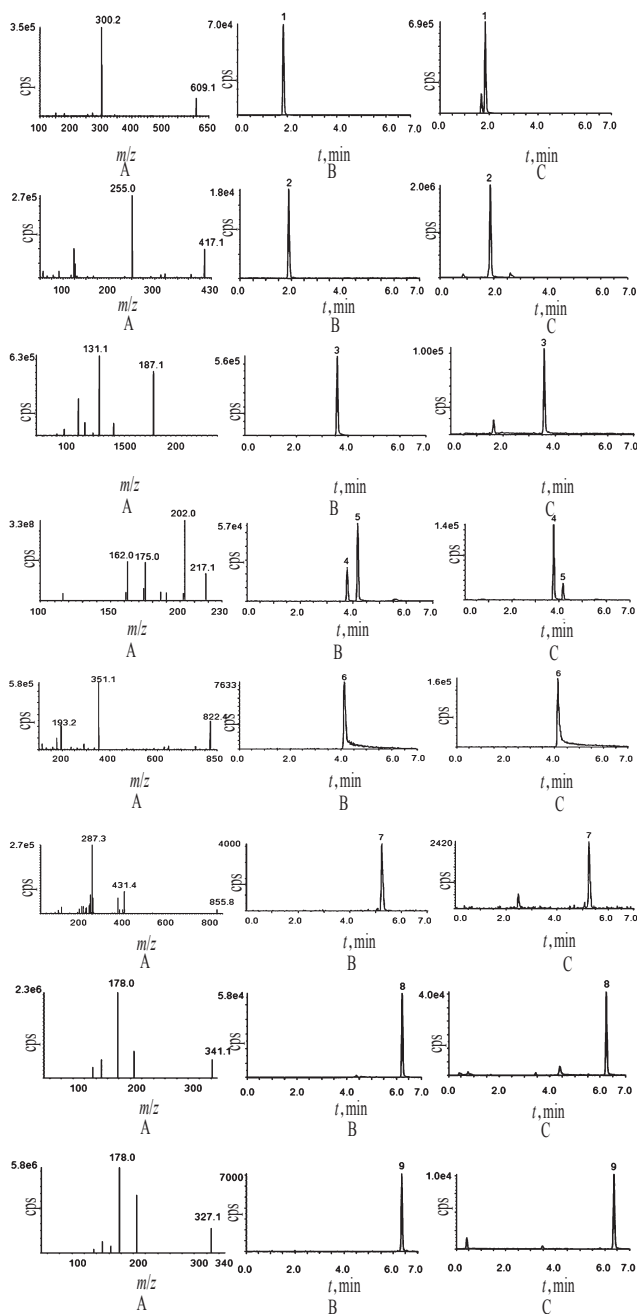


图1 提取离子流色谱图

A.各分析物质谱特征离子图;B.对照品溶液;C.供试品溶液;1.芦丁;2.甘草苷;3.补骨脂素;4.花椒毒素;5.佛手苷内酯;6.甘草酸铵;7.麦冬皂苷D;8.甲基麦冬二氢高异黄酮A;9.甲基麦冬二氢高异黄酮B

Fig 1 Extracted ion chromatogram

A.MS characteristic ion chromatograms of analytes; B.reference substance solution; C. sample solution; 1. rutin; 2. liquiritin; 3.psoalen; 4. xanthotoxin; 5. bergapten; 6.ammonium glycyrrhetate; 7.ophiopogonin D; 8. methylophiopogonanone A; 9.methylophiopogonanone B

液;④精密量取3号混合对照品溶液2 ml,置于10 ml量瓶中,加50%乙腈稀释至刻度,作为4号混合对照品溶液;⑤精密量取4号混合对照品溶液2.5 ml,置于10 ml量瓶中,加50%乙腈稀释至刻度,作为5号混合对照品溶液;⑥精密量取“2.2.1”项下混合对照品溶液适量,作为6号混合对照品溶液。按“2.1”项下试验条件进样测定,记录峰面积,以芦丁、甘草苷、补骨脂

素、花椒毒素、佛手苷内酯、甘草酸铵、麦冬皂苷D、甲基麦冬二氢高异黄酮A、甲基麦冬二氢高异黄酮B的质量浓度(x,ng/ml)为横坐标、峰面积(y)为纵坐标进行线性回归,回归方程和线性范围见表3。

表3 回归方程和线性范围

Tab 3 Linear regression equations and Linear ranges

待测成分	线性回归方程	线性范围,ng/ml	r
芦丁	$y=3.45 \times 10^5 x + 1.01 \times 10^4$	1.75~700	0.999 2
甘草苷	$y=3.04 \times 10^5 x + 3.71 \times 10^3$	5.00~1 997	0.999 7
补骨脂素	$y=5.6 \times 10^5 x + 1.04 \times 10^4$	0.95~380	0.999 0
花椒毒素	$y=1.4 \times 10^5 x + 1.21 \times 10^3$	1.75~700	0.999 1
佛手苷内酯	$y=2.38 \times 10^5 x + 5.66 \times 10^3$	2.00~800	0.999 8
甘草酸铵	$y=484x - 1.21 \times 10^3$	7.00~2 799	0.999 3
麦冬皂苷D	$y=2.01 \times 10^5 x - 687$	2.38~950	0.999 5
甲基麦冬二氢高异黄酮A	$y=7.19 \times 10^5 x + 2.93 \times 10^3$	0.38~151	0.999 7
甲基麦冬二氢高异黄酮B	$y=7.41 \times 10^5 x + 518$	0.43~171	0.999 0

2.4 检测限与定量限考察

取“2.2.1”项下混合对照品溶液适量,等倍逐步稀释,按“2.1”项下试验条件连续进样测定6次,记录峰面积。当信噪比为3:1时,得检测限(LOD);当信噪比为10:1时,得定量限(LOQ),结果见表4。

表4 检测限与定量限测定结果

Tab 4 Determination results of quantitation limit and detection limit

待测成分	LOD,ng/ml	LOQ,ng/ml
芦丁	0.44	0.88
甘草苷	0.63	1.67
补骨脂素	0.24	0.64
花椒毒素	0.44	1.58
佛手苷内酯	0.50	1.20
甘草酸铵	1.40	3.50
麦冬皂苷D	0.48	1.58
甲基麦冬二氢高异黄酮A	0.05	0.19
甲基麦冬二氢高异黄酮B	0.07	0.21

2.5 精密度试验

按“2.2.1”项下方法制备芦丁、甘草苷、补骨脂素、花椒毒素、佛手苷内酯、甘草酸铵、麦冬皂苷D、甲基麦冬二氢高异黄酮A和甲基麦冬二氢高异黄酮B质量浓度分别为7.00、19.97、3.80、7.00、8.00、27.99、9.50、1.51、1.71 ng/ml的混合对照品溶液,再按“2.1”项下试验条件进样测定,记录峰面积。结果,芦丁、甘草苷、补骨脂素、花椒毒素、佛手苷内酯、甘草酸铵、麦冬皂苷D、甲基麦冬二氢高异黄酮A和甲基麦冬二氢高异黄酮B峰面积的RSD分别为1.3%、1.5%、2.2%、1.7%、2.6%、2.8%、2.9%、1.1%、0.8%(n=6),表明仪器精密度高。

2.6 稳定性试验

取同一供试品溶液(批号:20150711)适量,分别于室温(25℃)放置0、2、4、6、8 h时按“2.1”项下试验条件进样测定,记录峰面积。结果,芦丁、甘草苷、补骨脂素、花椒毒素、佛手苷内酯、甘草酸铵、麦冬皂苷D、甲基麦冬二氢高异黄酮A和甲基麦冬二氢高异黄酮B峰面积的RSD分别为3.0%、2.4%、1.9%、2.2%、2.6%、2.6%、2.1%、2.2%、1.5%(n=5),表明供试品溶液在8 h内稳定性良好。

2.7 重复性试验

精密量取同一供试品溶液(批号:20150711)适量,共6份,

按“2.1”项下试验条件进样测定,记录峰面积。结果,芦丁、甘草苷、补骨脂素、花椒毒素、佛手苷内酯、甘草酸铵、麦冬皂苷D、甲基麦冬二氢高异黄酮A和甲基麦冬二氢高异黄酮B的平均含量分别为0.954、17.92、0.013 7、0.033 2、0.424、23.16、0.045 6、0.024 2、0.083 $\mu\text{g/ml}$,RSD分别为1.4%、1.9%、2.8%、2.2%、2.3%、1.7%、2.5%、2.6%、2.2% ($n=6$),表明本方法重复性良好。

2.8 加样回收率试验

取已知含量的沙参麦冬汤(批号:20150711)6份,每份精密吸取0.5 ml,分别精密加入等体积的“2.2.1”项下混合对照品溶液,按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液,再按“2.1”项下试验条件进样测定并计算加样回收率,结果见表5。

表5 加样回收率试验结果($n=6$)
Tab 5 Results of recovery tests($n=6$)

待测成分	取样量, ml	样品含量, μg	加入量, μg	测得量, μg	加样回收率, %	平均加样回收率, %	RSD, %
芦丁	0.5	0.477 1	0.475 0	0.946 2	98.76	102.60	1.7
	0.5	0.477 1	0.475 0	0.957 7	101.20		
	0.5	0.477 1	0.475 0	0.975 9	105.00		
	0.5	0.477 1	0.475 0	0.968 3	103.40		
	0.5	0.477 1	0.475 0	0.988 1	107.60		
	0.5	0.477 1	0.475 0	0.950 3	99.62		
甘草苷	0.5	8.958 0	9.000 0	17.420 0	94.02	95.39	2.9
	0.5	8.958 0	9.000 0	17.350 0	93.24		
	0.5	8.958 0	9.000 0	17.330 0	93.02		
	0.5	8.958 0	9.000 0	17.290 0	92.57		
	0.5	8.958 0	9.000 0	18.480 0	105.80		
	0.5	8.958 0	9.000 0	17.390 0	93.69		
补骨脂素	0.5	0.006 9	0.006 5	0.013 0	93.84	96.30	2.1
	0.5	0.006 9	0.006 5	0.013 2	96.92		
	0.5	0.006 9	0.006 5	0.013 1	95.38		
	0.5	0.006 9	0.006 5	0.013 6	103.10		
	0.5	0.006 9	0.006 5	0.012 9	92.30		
	0.5	0.006 9	0.006 5	0.013 3	98.46		
花椒毒素	0.5	0.166 2	0.175 0	0.350 0	105.00	102.20	3.0

2.9 样品含量测定

取3批样品溶液适量,按“2.2.2”项下方法制备供试品溶

续表5

Continued tab 5

待测成分	取样量, ml	样品含量, μg	加入量, μg	测得量, μg	加样回收率, %	平均加样回收率, %	RSD, %
佛手苷内酯	0.5	0.166 2	0.175 0	0.348 4	104.10		
	0.5	0.166 2	0.175 0	0.329 3	93.20		
	0.5	0.166 2	0.175 0	0.339 2	98.86		
	0.5	0.166 2	0.175 0	0.355 4	108.10		
	0.5	0.166 2	0.175 0	0.347 7	103.70		
	0.5	0.212 2	0.225 0	0.428 0	95.91	96.93	1.2
	0.5	0.212 2	0.225 0	0.434 7	98.89		
	0.5	0.212 2	0.225 0	0.425 1	94.62		
	0.5	0.212 2	0.225 0	0.435 4	99.20		
	0.5	0.212 2	0.225 0	0.426 3	95.16		
	0.5	0.212 2	0.225 0	0.432 2	97.78		
	甘草酸铵	0.5	11.580 0	12.000 0	24.130 0	103.70	99.79
0.5		11.580 0	12.000 0	24.150 0	104.80		
0.5		11.580 0	12.000 0	23.010 0	95.25		
0.5		11.580 0	12.000 0	24.130 0	104.60		
0.5		11.580 0	12.000 0	23.020 0	95.33		
0.5		11.580 0	12.000 0	22.990 0	95.08		
麦冬皂苷D	0.5	0.022 8	0.021 0	0.044 6	103.80	101.80	1.9
	0.5	0.022 8	0.021 0	0.043 6	99.04		
	0.5	0.022 8	0.021 0	0.042 9	95.71		
	0.5	0.022 8	0.021 0	0.044 7	104.30		
	0.5	0.022 8	0.021 0	0.044 8	104.80		
	0.5	0.022 8	0.021 0	0.044 5	103.30		
甲基麦冬二氢高异黄酮A	0.5	0.012 1	0.011 0	0.022 6	95.45	99.99	2.3
	0.5	0.012 1	0.011 0	0.022 7	96.36		
	0.5	0.012 1	0.011 0	0.022 5	94.54		
	0.5	0.012 1	0.011 0	0.023 6	104.50		
	0.5	0.012 1	0.011 0	0.023 5	103.60		
	0.5	0.012 1	0.011 0	0.023 7	105.50		
甲基麦冬二氢高异黄酮B	0.5	0.042 0	0.040 0	0.081 4	98.50	99.33	1.6
	0.5	0.042 0	0.040 0	0.083 2	103.00		
	0.5	0.042 0	0.040 0	0.080 8	97.00		
	0.5	0.042 0	0.040 0	0.082 3	100.75		
	0.5	0.042 0	0.040 0	0.079 8	94.50		
	0.5	0.042 0	0.040 0	0.082 9	102.25		

液,平行3份,再按“2.1”项下试验条件进样测定并计算样品含量,结果见表6。

表6 样品含量测定结果($n=3, \mu\text{g/ml}$)

Tab 6 Results of contents determination of samples($n=3, \mu\text{g/ml}$)

批号	芦丁	甘草苷	补骨脂素	花椒毒素	佛手苷内酯	甘草酸铵	麦冬皂苷D	甲基麦冬二氢高异黄酮A	甲基麦冬二氢高异黄酮B
20150711	0.954 2	17.92	0.013 8	0.332 4	0.424 4	23.16	0.045 6	0.024 2	0.084 0
20150713	0.956 1	17.65	0.013 5	0.309 2	0.489 3	23.14	0.032 4	0.028 0	0.079 8
20150715	0.928 4	17.80	0.011 1	0.286 8	0.352 7	26.78	0.046 8	0.017 8	0.080 8

3 讨论

3.1 液相条件的选择

花椒毒素和佛手苷内酯为同分异构体,可产生相同的二级碎片,故采用离子对 m/z 217.1/202.0时可同时监测到花椒毒素和佛手苷内酯,因此需要调整流动相比例使其达到完全分离,避免互相影响。本试验比较了甲醇-水和乙腈-水两种流动相组成系统,后者的分离效果和色谱峰型明显好于前者,故采用乙腈-水为流动相。本试验还考察了在流动相中添加不同比例的甲酸对各待测成分的影响,结果表明在流动相中加入0.1%的甲酸可改善各成分峰形并增加响应值。

3.2 离子化模式的选择

试验中发现芦丁、甘草苷、甘草酸铵、甲基麦冬二氢高异黄酮A和甲基麦冬二氢高异黄酮B在ESI⁻下响应较好,而补骨脂素、花椒毒素、佛手苷内酯和麦冬皂苷D在ESI⁺下响应较好。故本试验采用正负离子同时监测模式,在同一分析周期内同时测定9种成分,既兼顾了各成分谱裂性质,又缩短了分析时间。

中药制剂成分复杂多样,采用传统分析方法鉴定困难,耗时长。采用LC-MS/MS法进行中药化学成分分析,可同时得到分析成分的保留时间、分子量以及特征结构碎片等丰富信

息,具有高效、快速和高灵敏度的特点^[11-13]。目前,采用各种分析方法对各单味药材有效成分含量测定的文献较多^[14-17],但未见有同时测定沙参麦冬汤有效成分含量的报道。本试验首次采用UPLC-MS/MS法对3个批次的沙参麦冬汤中9个成分进行了含量测定。结果表明,本文所建立的方法快速、简便、准确可靠,适用于同时测定沙参麦冬汤中芦丁、甘草苷、补骨脂素、花椒毒素、佛手苷内酯、甘草酸铵、麦冬皂苷D、甲基麦冬二氢高异黄酮A、甲基麦冬二氢高异黄酮B的含量。

参考文献

- [1] 周燕萍,邱明义,胡作为,等.沙参麦冬汤对放射性肺炎大鼠血浆IL-6, TNF- α , TGF- β 1的影响[J].中国实验方剂学杂志,2014,20(16):165.
- [2] 李世东,曾俞霖,刘茂芳.沙参麦冬汤对胃癌小鼠K-ras基因表达的影响[J].贵阳中医学院学报,2014,36(5):133.
- [3] 李新,刘茂军.沙参麦冬汤加减联合化疗治疗中晚期非小细胞肺癌[J].中国实验方剂学杂志,2014,20(20):195.
- [4] 张继红,焦晓明,李儒新,等.沙参麦冬汤对运动小鼠免疫功能的影响[J].中国康复医学杂志,2009,24(5):442.
- [5] 石磊,王丽丽,胡魁,等.沙参麦冬汤联合化疗对肺癌患者免疫功能的影响研究[J].中华中医药学刊,2015,33(6):1363.
- [6] 朱为民,肖寒,方乃青,等.加减沙参麦冬汤联合化疗对肺癌患者免疫功能的影响[J].南京中医药大学学报,2011,27(6):523.
- [7] 王西涛.沙参麦冬汤加减治疗慢性支气管炎140例疗效分析[J].中医临床研究,2014,6(11):100.
- [8] 刘畅,徐萌,赵建夫,等.沙参麦冬汤加减对恶性肿瘤增

效减毒作用的系统评价[J].中国实验方剂学杂志,2014,20(5):206.

- [9] 于雯娟,李航森.沙参麦冬汤加减联合抗生素激素治疗放射性肺炎20例疗效观察[J].中西医结合研究,2013,5(3):151.
- [10] 肖寒,方乃青,申小苏.加减沙参麦冬汤联合化疗治疗Ⅲ、Ⅳ期非小细胞肺癌[J].中国实验方剂学杂志,2011,17(24):203.
- [11] 罗芬.液-质联用技术在中药分析中的应用[J].亚太传统医药,2014,10(11):52.
- [12] 苏靖,戴荣继.液质联用技术在中药研究中的应用[J].生命科学仪器,2014,12(2):40.
- [13] 郭兴杰,安芳,林丽娜.液质联用技术与中药现代化[J].世界科学技术-中医药现代化,2009,11(1):142.
- [14] 刘曼,孔德志,杨维,等.胶束电动毛细管电泳分离测定北沙参中5种香豆素类成分分析[J].中国中药杂志,2010,35(14):1840.
- [15] 曾品涛,周慧,郑一敏,等.HPLC法同时测定麦冬中3种高异黄酮含量[J].中国中药杂志,2012,37(1):71.
- [16] 李克,吴龙琴,王曙东,等.双波长-HPLC法同时测定甘草中甘草苷和甘草酸含量[J].现代中药研究与实践,2014,28(2):62.
- [17] 杨晶,刘嘉琪,王宝昌,等.桑不同药用部位中黄酮类成分的定量检测[J].中国药房,2014,25(27):2550.

(收稿日期:2015-10-10 修回日期:2016-01-18)

(编辑:刘柳)

王刚会长希望中国计划生育协会新一届党组织积极进取奋发有为,推动计划生育协会事业改革发展

本刊讯 2016年2月23日,中国计划生育协会会长王刚,国家卫生计生委党组书记、主任李斌出席中国计划生育协会干部大会并作重要讲话。国家卫生计生委副主任王培安,中国计生协常务副会长杨玉学、副会长勾清明出席会议并作发言。

王刚对中国计生协新一届党组提出四点希望:一是切实增强政治意识、大局意识、核心意识、看齐意识,坚决贯彻党中央决策部署,紧紧围绕“四个全面”战略布局谋划和推动工作,准确把握计生协在党和国家全局工作中的职责定位,坚持正确政治方向,始终在思想上政治上行动上同以习近平同志为总书记的党中央保持高度一致。二是有效履行职责使命,充分发挥群众团体优势,当好桥梁纽带,引导广大群众自觉落实计划生育基本国策,全心全意服务广大计生群众,切实保持和增强计生协组织的政治性、先进性和群众性。三是坚持问题导向,加快改革创新,不断增强计生协组织生机和活力,不断提高计生协工作科学化水平和实际成效,努力把计生协建设成具有社会影响力和公信力的群团组织。四是严格落实管党治党主体责任,坚持党要管党、从严治党,带头学习贯彻党章和《中国共产党廉洁自律准则》《中国共产党纪律处分条例》,认真组织开展“两学一做”学习教育,着力加强计生协干部队

伍建设,推进全面从严治党取得新成效。

李斌高度评价过去五年计生协在各方面取得的工作成绩。在王刚会长领导下,以杨玉学同志为党组书记的中国计生协领导班子,指导各级计生协和9400多万会员,主动服务党和国家中心工作,引导落实计划生育国策,推动完善生育政策,在推进各级计生协组织建设和队伍建设、打造计生协服务品牌、开展计生协特色活动、促进国际交流合作以及加强中国计生协机关建设中都取得了丰硕成果,计生协事业呈现出提升跨越的新气象。

李斌指出,王培安同志政治坚定,领导经验丰富,在地方和国家部委长期担任领导职务,熟悉计划生育业务和基层情况,由王培安同志兼任中国计生协党组书记,既加强了计生协领导班子,也有利于统筹协调计划生育工作、进一步形成合力,有利于更好发挥协会的桥梁纽带作用。她希望计生协贯彻落实好中央党的群团工作会议精神,围绕中心、服务大局,切实保持和增强政治性先进性群众性;开拓创新、奋发有为,在协助政府实施全面两孩政策、共同做好计划生育工作中充分发挥生力军作用;在协会党组和领导班子领导下,计生协全体党员干部同心同德、团结一致,认真做好计生协换届工作,并不断发扬成绩,主动作为,再创佳绩。