

[质量控制]

UPLC-MS/MS 法同时测定泽泻汤中 13 种成分的含量

孙沛祺, 王葭洋, 王瑾萍*, 蒋元烨*
(上海中医药大学附属普陀医院消化内科, 上海 200062)

摘要: **目的** 建立 UPLC-MS/MS 法同时测定泽泻汤中泽泻醇 A、23-乙酰泽泻醇 B、泽泻醇 A-24-醋酸酯、泽泻醇 B、泽泻醇 C、23-乙酰泽泻醇 C、泽泻醇 F、泽泻醇 G、白术内酯 I、白术内酯 II、白术内酯 III、苍术酮、阿魏酸的含量。**方法** 分析采用 Waters ACQUITY UPLC HSS C₁₈ 色谱柱(100 mm×2.1 mm, 1.8 μm); 流动相水(含 0.1% 甲酸)-乙腈(含 0.1% 甲酸), 梯度洗脱; 体积流量 0.3 mL/min; 柱温 30 °C; 电喷雾离子源; 正负离子扫描; 多反应监测模式。**结果** 13 种成分在各自范围内线性关系良好 ($r>0.9991$), 平均加样回收率 95.05%~103.8%, RSD 1.4%~6.7%。**结论** 该方法简便、快速、准确, 可为泽泻汤质量控制提供实验依据。

关键词: 泽泻汤; 化学成分; 含量测定; UPLC-MS/MS

中图分类号: R927.2 文献标志码: A 文章编号: 1001-1528(2025)09-2829-06

doi:10.3969/j.issn.1001-1528.2025.09.001

Simultaneous content determination of thirteen constituents in Zexie Decoction by UPLC-MS/MS

SUN Pei-qi, WANG Jia-yang, WANG Jin-ping*, JIANG Yuan-ye*

(Department of Gastroenterology, Putuo Hospital Affiliated to Shanghai University of Traditional Chinese Medicine, Shanghai 200062, China)

ABSTRACT: **AIM** To establish a UPLC-MS/MS method for the simultaneous content determination of alisol A, 23-acetyl alisol B, alisol A-24-acetate, alisol B, alisol C, 23-acetyl alisol C, alisol F, alisol G, atractylenolide I, atractylenolide II, atractylenolide III, atractylon and ferulic acid in Zexie Decoction. **METHODS** The analysis was performed on a 30 °C thermostatic Waters ACQUITY UPLC HSS C₁₈ column (100 mm×2.1 mm, 1.8 μm), with the mobile phase comprising of water (containing 0.1% formic acid) -acetonitrile (containing 0.1% formic acid) flowing at 0.3 mL/min in a gradient elution manner, and electron spray ionization source was adopted in positive and negative ion scanning with multiple reaction monitoring mode. **RESULTS** Thirteen constituents showed good linear relationships within their own ranges ($r>0.9991$), whose average recoveries were 95.05%–103.8% with the RSDs of 1.4%–6.7%. **CONCLUSION** This simple, rapid and accurate method can provide experimental basis for the quality control of Zexie Decoction.

KEY WORDS: Zexie Decoction; chemical constituents; content determination; UPLC-MS/MS

泽泻汤始载于《金匱要略·痰饮咳嗽病脉证并治第十二》, 具有健脾、利水、蠲饮功效, 常用于治疗痰饮眩晕、胸中痞满、咳逆水肿^[1], 该方由泽泻五两、白术二两组成, 两者相须使用, 发挥

收稿日期: 2024-11-11

基金项目: 国家自然科学基金面上项目(82474378); 上海市自然科学基金(22ZR1455900); 上海市普陀区卫生健康系统科技创新项目重点项目(ptkwws202201); 上海市普陀区杏林优青人才培养计划(ptxlyq2201); 上海市普陀区卫生健康系统特色专病建设项目(2023tszb01)

作者简介: 孙沛祺(2000—), 男, 硕士, 从事中医药防治慢性肝病的临床、基础研究。Tel: 15861008629, E-mail: spqspq7799@163.com

*通信作者: 王瑾萍(1978—), 女, 硕士, 主治医师, 从事中医药防治慢性肝病的临床、基础研究。Tel: 13585937758, E-mail: wangjinpings2108@163.com

蒋元烨(1985—), 女, 博士, 硕士生导师, 副主任医师, 从事中医药防治慢性肝病的临床、基础研究。Tel: 13816388826, E-mail: yuanye1014@126.com

协同功效^[2-3]。现代药理研究表明,泽泻主要成分均具有降血压、调血脂、降血糖、利尿、抗炎作用^[4],而白术主要成分具有抗炎、提高免疫、改善脂质代谢、保肝等活性^[5-7]。近年来,关于泽泻汤的研究主要集中在整方临床疗效^[8-13]与方中单味药活性成分、质量控制方面^[14-16],其中质量控制手段以UPLC法和指纹图谱为主^[17-18],但对三萜类成分的灵敏度较低。UPLC-MS/MS法因其快速、准确、稳定等优势,被用于各种物质的含量测定^[19-21],故本实验采用该方法同时测定泽泻汤中泽泻醇A、23-乙酰泽泻醇B、泽泻醇A-24-醋酸酯、泽泻醇B、泽泻醇C、23-乙酰泽泻醇C、泽泻醇F、泽泻醇G、白术内酯I、白术内酯II、白术内酯III、苍术酮、阿魏酸的含量,以期为该制剂提供全面科学的质量评价。

1 材料

1.1 仪器 Milli-Q 纯水制备系统(美国 Millipore 公司);JA3003N 电子分析天平(上海精宏实验设备有限公司);CP2250 电子分析天平[赛多利斯科学仪器(北京)有限公司];YD-B35A 中药煎煮紫砂锅(唯雅电器有限公司);Centrifuge 5424R 高速离心机[艾本德(中国)有限公司];API 6500+ 三重四极杆质谱仪(美国爱博才思公司);Waters H-Class 高效液相色谱仪[沃特世科技(上海)有限公司]。

1.2 药材与试剂 泽泻(批号 2023081301)、白术(批号 2023070501)均购自上海余天成中药饮片有限公司,经专家鉴定为正品。23-乙酰泽泻醇B(批号 B21641)、泽泻醇A-24-醋酸酯(批号 B21639)、泽泻醇C(批号 B50425)、泽泻醇F(批号 B21642)、泽泻醇G(批号 B21769)、苍术酮(批号 B24634)、23-乙酰泽泻醇C(批号 B21764)对照品均购自上海源叶生物科技有限公司;泽泻醇A(批号 CFN92542)、泽泻醇B(批号 CFN92406)、白术内酯I(批号 CFN99944)、白术内酯II(批号 CFN99945)、白术内酯III(批号 CFN99946)、阿魏酸(批号 CFN99158)对照品均购自武汉天植生物技术有限公司;卡马西平对照品(批号 100142-201004)购自中国食品药品检定研究院,纯度均 $\geq 98\%$ 。甲醇(批号 40064292)、乙腈(批号 40064193)均为色谱纯,购自北京沃凯生物科技有限公司;甲酸为色谱纯(批号 84630200),购自上海安谱实验科技有限公司。

2 方法

2.1 水煎液制备 分别称取泽泻 20 g、白术 8 g,置于煎药锅中,加入 8 倍量纯净水浸泡 30 min,武火(2 100 W)煮沸后转文火(1 200 W)煎煮 30 min,双层脱脂纱布过滤,保留第 1 次滤液,滤渣中再加入 6 倍量纯净水,同法煎煮 30 min,趁热用双层纱布过滤,合并 2 次滤液,浓缩至生药量 1 g/mL,即得,置于 4 °C 冰箱中保存。

2.2 对照品、内标溶液制备 精密称取泽泻醇A、23-乙酰泽泻醇B、泽泻醇A-24-醋酸酯、泽泻醇B、泽泻醇C、23-乙酰泽泻醇C、泽泻醇F、泽泻醇G、白术内酯I、白术内酯II、白术内酯III、苍术酮、阿魏酸对照品适量,置于 10 mL 量瓶中,甲醇溶解并定容至刻度,得到母液,稀释,即得对照品溶液(各成分质量浓度分别为 1 700、1 330、1 225、1 160、1 250、1 048、35、1 660、1 373、1 400、1 450、1 404、1 200 $\mu\text{g}/\text{mL}$)。精密称取卡马西平对照品适量,甲醇定容至质量浓度为 10.54 $\mu\text{g}/\text{mL}$,即得内标溶液。

2.3 供试品溶液制备 精密移取水煎液 1.00 mL,置于量瓶中,甲醇逐级稀释后再以内标溶液稀释 200 倍(105.4 ng/mL),13 000 r/min 离心 10 min,取上清液,即得。

2.4 UPLC-MS/MS 分析条件

2.4.1 质谱 电喷雾离子源(ESI);多反应监测(MRM)模式;毛细管温度 380 °C;离子源温度 500 °C;喷雾气体流量 50 psi(1 psi = 6.895 kPa);辅助气(高纯氮气)体积流量 50 psi;喷雾电压 4、-4.5 kV,其他参数见表 1。

表 1 各成分质谱参数

Tab. 1 Mass spectrometry parameters for various constituents

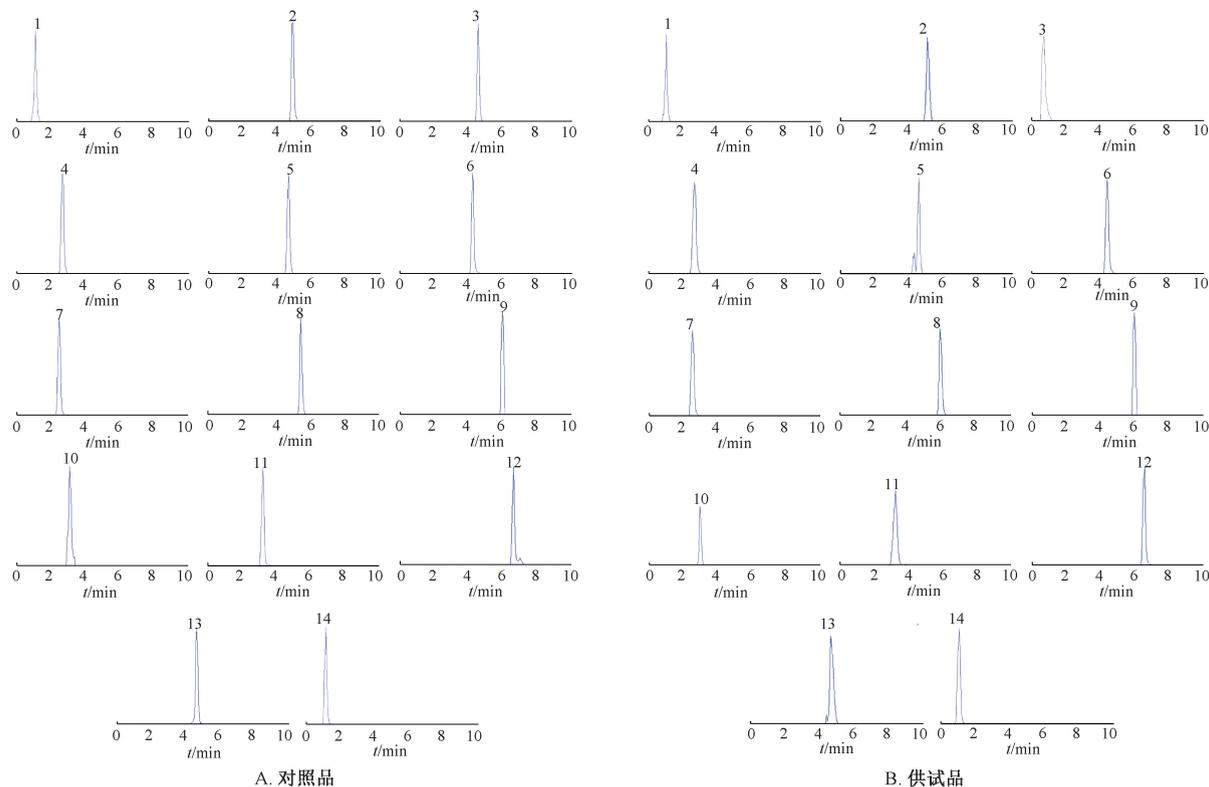
成分	母离子 <i>m/z</i>	子离子 <i>m/z</i>	去簇电 压/V	碰撞能 量/V	出口电 压/V
泽泻醇 A	473.3	383.3	149.35	19.80	38.87
23-乙酰泽泻醇 B	532.5	497.5	68.02	15.90	50.30
泽泻醇 A-24-醋酸酯	550.5	515.4	25.74	14.80	34.09
泽泻醇 B	490.4	473.5	35.02	14.60	28.95
泽泻醇 C	487.2	415.4	53.92	26.90	13.85
23-乙酰泽泻醇 C	529.4	451.5	114.16	29.31	22.94
泽泻醇 F	506.4	471.5	40.08	10.23	17.02
泽泻醇 G	490.4	473.4	27.03	13.17	25.09
白术内酯 I	231.3	185.2	157.15	27.46	21.97
白术内酯 II	233.2	187.1	138.29	23.64	25.93
白术内酯 III	249.3	231.2	73.10	13.95	29.00
苍术酮	234.3	216.4	96.99	20.33	10.63
阿魏酸	195.0	145.0	57.02	23.69	18.86
卡马西平(内标)	237.1	194.2	110.00	25.00	16.00

2.4.2 色谱 Waters ACQUITY UPLC HSS C₁₈ 色谱柱 (100 mm×2.1 mm, 1.8 μm); 流动相水 (含 0.1% 甲酸) (A) -乙腈 (含 0.1% 甲酸) (B), 梯度洗脱 (0~2 min, 40%~60% B; 2~7 min, 60%~95% B; 7~10 min, 95% B); 体积流量 0.3 mL/min;

柱温 30 ℃。

3 结果

3.1 专属性试验 如图 1 所示, 对照品、供试品溶液中杂质对各成分检测均无干扰, 表明该方法专属性良好。



1. 阿魏酸 2. 白术内酯 I 3. 苍术酮 4. 白术内酯 II 5. 白术内酯 III 6. 泽泻醇 A 7. 泽泻醇 C 8. 泽泻醇 B 9. 泽泻醇 G
10. 泽泻醇 F 11. 23-乙酰泽泻醇 C 12. 23-乙酰泽泻醇 B 13. 泽泻醇 A-24-醋酸酯 14. 卡马西平 (内标)
1. ferulic acid 2. atractylenolide I 3. atractylon 4. atractylenolide II 5. atractylenolide III 6. alisol A 7. alisol C 8. alisol B 9. alisol G
10. alisol F 11. 23-acetyl alisol C 12. 23-acetyl alisol B 13. alisol A-24-acetate 14. carbamazepine (internal standard)

图 1 各成分 UPLC-MS/MS 色谱图

Fig. 1 UPLC-MS/MS chromatograms of various constituents

3.2 线性关系考察 精密吸取对照品溶液适量, 甲醇逐级稀释, 加入内标溶液 (105.4 ng/mL), 混合均匀, 定容, 在“2.4”项条件下进样测定。以对照品、内标峰面积比值为纵坐标 (Y), 对照品质量浓度为横坐标 (X) 进行回归, 并以 S/N=10 为定量限, S/N=3 为检测限, 结果见表 2, 可知各成分在各自范围内线性关系良好。

3.3 精密度试验 取“2.3”项下供试品溶液适量, 在“2.4”项条件下进样测定 6 次, 测得泽泻醇 A、23-乙酰泽泻醇 B、泽泻醇 A-24-醋酸酯、泽泻醇 B、泽泻醇 C、23-乙酰泽泻醇 C、泽泻醇 F、泽泻醇 G、白术内酯 I、白术内酯 II、白术内酯 III、苍术酮、阿魏酸峰面积 RSD 分别为 1.4%、1.3%、3.8%、2.2%、1.4%、2.4%、3.0%、3.5%、

4.6%、3.5%、3.1%、2.0%、3.2%, 表明仪器精密度良好。

3.4 重复性试验 取“2.3”项下供试品溶液 6 份, 在“2.4”项条件下进样测定, 测得泽泻醇 A、23-乙酰泽泻醇 B、泽泻醇 A-24-醋酸酯、泽泻醇 B、泽泻醇 C、23-乙酰泽泻醇 C、泽泻醇 F、泽泻醇 G、白术内酯 I、白术内酯 II、白术内酯 III、苍术酮、阿魏酸含量 RSD 分别为 3.3%、3.5%、5.7%、3.3%、1.1%、3.2%、3.7%、1.1%、1.1%、1.9%、3.7%、5.0%, 表明该方法重复性良好。

3.5 稳定性试验 取“2.3”项下供试品溶液适量, 于 0、2、4、6、10、12、18、20、24 h 在“2.4”项条件下进样测定, 测得泽泻醇 A、23-乙

表2 各成分线性关系

Tab. 2 Linear relationships of various constituents

成分	回归方程	r	线性范围/($\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)	定量限/($\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)	检测限/($\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)
泽泻醇 A	$Y=0.014 1X+0.012$	0.999 4	0.003~0.068	0.003	0.001
23-乙酰泽泻醇 B	$Y=0.088 1X-0.001 4$	0.999 7	0.027~0.532	0.013	0.005
泽泻醇 A-24-醋酸酯	$Y=0.228 1X-0.001$	0.999 8	0.005~0.098	0.005	0.001
泽泻醇 B	$Y=0.185 1X-0.027 8$	0.999 6	0.006~0.116	0.006	0.001
泽泻醇 C	$Y=0.007 7X+0.022 3$	0.999 5	0.016~0.250	0.013	0.003
23-乙酰泽泻醇 C	$Y=0.032 6X-0.262 3$	0.999 5	0.105~2.096	0.005	0.001
泽泻醇 F	$Y=1.133 7X+0.001 5$	0.999 1	0.003~0.070	0.004	0.001
泽泻醇 G	$Y=0.776 7X-0.036 8$	0.999 5	0.033~0.664	0.010	0.003
白术内酯 I	$Y=0.030 3X-0.000 3$	0.999 4	0.055~1.098	0.006	0.002
白术内酯 II	$Y=0.018 6X+0.002 3$	0.999 6	0.003~0.056	0.001	0.009
白术内酯 III	$Y=0.008 7X+0.003 9$	0.999 2	0.006~0.116	0.003	0.026
苍术酮	$Y=0.746 6X-0.023 2$	0.999 5	0.070~1.404	0.007	0.001
阿魏酸	$Y=0.111 8X+0.001 9$	0.999 0	0.001~0.024	0.001	0.000 4

酰泽泻醇 B、泽泻醇 A-24-醋酸酯、泽泻醇 B、泽泻醇 C、23-乙酰泽泻醇 C、泽泻醇 F、泽泻醇 G、白术内酯 I、白术内酯 II、白术内酯 III、苍术酮、阿魏酸峰面积 RSD 分别为 4.7%、3.8%、8.8%、4.7%、2.7%、2.5%、5.3%、2.6%、3.5%、3.0%、4.1%、2.6%、7.2%，表明溶液在 24 h 内稳定性良好。

3.6 加样回收率试验 精密吸取各成分含量已知的水煎液 0.5 mL，共 6 份，加入适量对照品溶液，按“2.3”项下方法制备供试品溶液，在“2.4”项条件下进样测定，计算回收率。结果，泽泻醇 A、23-乙酰泽泻醇 B、泽泻醇 A-24-醋酸酯、泽泻

醇 B、泽泻醇 C、23-乙酰泽泻醇 C、泽泻醇 F、泽泻醇 G、白术内酯 I、白术内酯 II、白术内酯 III、苍术酮、阿魏酸平均加样回收率分别为 102.0%、103.8%、100.3%、96.36%、99.55%、95.59%、101.0%、100.6%、101.2%、96.73%、98.54%、95.05%、97.69%，RSD 分别为 4.1%、1.5%、6.0%、6.7%、2.6%、1.4%、4.0%、5.4%、5.5%、5.6%、4.4%、3.7%、6.2%。

3.7 样品含量测定 按“2.3”项下方法平行制备 3 份供试品溶液，在“2.4”项条件下进样测定，计算含量，结果见表 3。

表3 各成分含量测定结果 ($\bar{x}\pm s, n=6$)

Tab. 3 Results for content determination of various constituents ($\bar{x}\pm s, n=6$)

成分	含量/($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ 生药)	平均值/($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ 生药)	成分	含量/($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ 生药)	平均值/($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ 生药)
泽泻醇 A	1.594 4	1.607±0.023	泽泻醇 G	51.231 2	50.99±0.397
	1.608 3			51.066 8	
	1.588 4			50.285 1	
	1.586 3			51.266 7	
	1.620 0			50.789 9	
23-乙酰泽泻醇 B	1.645 4	14.99±0.380	白术内酯 I	51.324 6	29.76±0.003
	15.278 9			29.759 2	
	15.443 3			29.765 4	
	14.870 1			29.759 1	
	15.208 9			29.757 7	
泽泻醇 A-24-醋酸酯	14.572 7	2.157±0.042	白术内酯 II	29.762 7	2.860±0.013
	14.547 2			29.763 9	
	2.207 8			2.851 9	
	2.165 2			2.882 5	
	2.109 4			2.852 0	
泽泻醇 B	2.157 3	8.006±0.159	白术内酯 III	2.866 9	7.896±0.209
	2.107 2			2.846 0	
	2.192 5			2.862 0	
	8.180 1			7.785 5	
	7.959 2			8.023 5	
	8.159 5			7.807 6	

续表 3

成分	含量/($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ 生药)	平均值/($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ 生药)	成分	含量/($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ 生药)	平均值/($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ 生药)
泽泻醇 C	7.800 0	11.74±0.319	苍术酮	8.057 2	144.5±1.344
	7.857 6			7.576 5	
	8.077 3			8.126 4	
	11.747 1			143.173 3	
	11.722 5			145.464 7	
	11.712 7			145.582 3	
	11.700 6			143.010 3	
	11.784 0			145.977 9	
23-乙酰泽泻醇 C	11.762 8	245.3±1.517	阿魏酸	143.621 8	0.057 5±0.002 5
	247.396 5			0.054 5	
	243.510 8			0.055 5	
	245.540 2			0.058 1	
	244.625 4			0.059 2	
	244.164 3			0.056 0	
泽泻醇 F	246.753 0	3.233±0.101		0.061 4	
	3.158 4				
	3.260 8				
	3.156 2				
	3.424 3				
	3.206 2				
	3.193 8				

4 讨论

泽泻汤作为中医经典名方，临床疗效显著，但其成分较复杂，传统的 HPLC 法仅可对少量成分进行含量测定，而且检测时间较长。因此，本实验选择 UPLC-MS/MS 法，该方法快速简便，重复性好。

本实验首先对流动相进行优化，发现以水（含 0.1% 甲酸）-乙腈（含 0.1% 甲酸）梯度洗脱时各成分色谱峰均表现出良好的分离度和对称性，并且相互之间无干扰，再选择色谱柱，发现 Waters ACQUITY UPLC HSS C₁₈ 柱呈现理想的分离效果和较小的柱压，从而确保泽泻汤中各成分含量的准确测定。

5 结论

本实验建立 UPLC-MS/MS 法同时测定泽泻汤中泽泻醇 A、23-乙酰泽泻醇 B、泽泻醇 A-24-醋酸酯、泽泻醇 B、泽泻醇 C、23-乙酰泽泻醇 C、泽泻醇 F、泽泻醇 G、白术内酯 I、白术内酯 II、白术内酯 III、苍术酮、阿魏酸的含量，该方法准确可靠，可为该方后续药效物质基础、作用机制研究提供参考依据。

参考文献：

[1] 吴嘉朔, 常晓燕, 李壮壮, 等. 泽泻汤降脂及抗炎作用分子机制研究进展[J]. 中国实验方剂学杂志, 2021, 27(2): 224-232.

[2] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典: 2020 年版一部[S]. 北京: 中国医药科技出版社, 2020.

[3] 王双双, 姜恒丽, 刘 焯, 等. 经典名方泽泻汤的处方考证及历史沿革分析[J]. 中医药学报, 2023, 51(9): 91-96.

[4] Zhou X, Ren Q, Wang B, et al. Alisol A 24-acetate isolated from the *Alismatis Rhizoma* improves hepatic lipid deposition in hyperlipidemic mice by ABCA1/ABCG1 pathway[J]. *J Nanosci Nanotechnol*, 2019, 19(9): 5496-5502.

[5] 杨丹阳, 于 欢, 吴晓莹, 等. 白术化学成分及其生物活性研究进展[J]. 中华中医药学刊, 2023, 41(5): 171-182.

[6] 刘 静, 苏 洁, 吴雯琰, 等. 白术不同提取物对非酒精性脂肪肝病小鼠的作用研究[J]. 中药药理与临床, 2023, 39(5): 75-82.

[7] 周 茜, 陆 平. 白术内酯 III 调节 Shh/Ptch1 信号通路对脑卒中大鼠神经功能的影响[J]. 中西医结合心脑血管病杂志, 2024, 22(20): 3704-3709.

[8] 李 剑. 基于泽泻汤方证探讨眩晕痰饮证的临床治疗[J]. 内蒙古中医药, 2024, 43(1): 69-71.

[9] 苏世杰, 林东新, 刘壮壮, 等. 基于 AMPK/SIRT1/PGC-1 α 通路探讨泽泻汤改善高脂饮食诱导小鼠认知障碍的作用机制[J]. 中华中医药杂志, 2023, 38(9): 4154-4160.

[10] 陈秀美, 占仕成. 半夏白术天麻汤合泽泻汤治疗眩晕痰浊上蒙证的临床疗效评价[J]. 北方药学, 2023, 20(12): 161-163.

[11] 鞠爱霞, 孙 爽, 王瑞楠, 等. 基于 miR21/PI3K-Akt/SREBP 通路研究泽泻汤对高脂血症模型小鼠的调脂作用机制[J]. 南京中医药大学学报, 2024, 40(9): 917-931.

[12] 马 蔚, 申正日. 泽泻汤加减对老年原发性高血压 1 级痰湿壅盛证患者的疗效研究[J]. 实用临床医药杂志, 2024,

- 28(9): 78-81; 89.
- [13] 王群, 陈丝, 宋囡, 等. 基于“行津液、运膏脂”理论探讨泽泻汤对高脂血症大鼠 PI3K/AKT/FoxO1/AQP9 途径的影响及分子机制[J]. 时珍国医国药, 2024, 35(3): 563-567.
- [14] 谢燕, 李贵平, 段月阳, 等. 泽泻提取物改善游离脂肪酸诱导的 HepG2 脂肪变性细胞模型的脂质代谢及氧化应激异常[J]. 中草药, 2024, 55(6): 2002-2012.
- [15] 柯瑞, 张江山, 甘春梅, 等. 基于指纹图谱-多成分化学计量学的建昌帮蜜糠炒白术质量评价研究[J]. 亚太传统医药, 2024, 20(7): 50-56.
- [16] Liu G Q, Xie R Y, Tan Q W, *et al.* Pharmacokinetic study and neuropharmacological effects of atractylenolide III to improve cognitive impairment *via* PI3K/AKT/GSK3 β pathway in intracerebroventricular-streptozotocin rats[J]. *J Ethnopharmacol*, 2024, 333: 118420.
- [17] 胡诚, 陈龙, 蒋元焯, 等. HPLC 法测定泽泻汤中泽泻醇 A、泽泻醇 B 和 23-乙酰泽泻醇 B 含量[J]. 上海中医药大学学报, 2019, 33(5): 73-77.
- [18] 郭炜, 王加锋, 展照双, 等. 高效液相色谱法测定茯苓泽泻汤加山楂中金丝桃苷的色谱条件考察[J]. 中药与临床, 2019, 10(Z1): 9-10.
- [19] 刘永铭, 刘树森, 熊轶喆, 等. UPLC-MS/MS 法同时测定养血软坚胶囊中 17 种成分的含量[J]. 中成药, 2024, 46(2): 353-358.
- [20] 麻景梅, 姜晓娅, 麻朝朝, 等. UPLC-MS/MS 法同时测定经典方实脾散中 20 个化学成分的含量[J]. 药物分析杂志, 2023, 43(3): 429-439.
- [21] Mu H F, Jin Q, Tang J, *et al.* Pharmacokinetics and related gender difference studies of four active components of *Codonopsis Pilosula* by LC-MS/MS determination[J]. *J Ethnopharmacol*, 2024, 337(Pt 2): 118899.

HPLC-MS/MS 法同时测定安神补心六味丸中 12 种成分的含量及其化学模式识别研究

刘成东¹, 李君¹, 张谦¹, 刘静¹, 陆景坤², 董馨¹, 廖园红¹, 王跃武^{1*}

(1. 内蒙古医科大学药学院, 内蒙古呼和浩特 010110; 2. 内蒙古医科大学基础医学院, 内蒙古呼和浩特 010110)

摘要: 目的 建立 HPLC-MS/MS 法同时测定安神补心六味丸中去氢二异丁香酚、丁香酚、木香烃内酯、去氢木香内酯、槲皮素、异鼠李素、木犀草素、咖啡酸、没食子酸、原儿茶酸、鞣花酸、山柰酚的含量, 并进行化学模式识别。方法 分析采用 Shim-pack GIST-HP C₁₈ 色谱柱 (2.1 mm×100 mm, 3 μ m); 流动相甲醇-水 (含 0.1% 甲酸), 梯度洗脱; 体积流量 0.25 mL/min; 柱温 35 $^{\circ}$ C; 电喷雾离子源; 正负离子扫描; 多反应监测模式。再进行聚类分析、主成分分析、正交偏最小二乘法-判别分析。结果 12 种成分在各自范围内线性关系良好 ($r \geq 0.999 0$), 平均加样回收率 95.38%~105.00%, RSD 1.91%~5.14%。13 批样品聚为 3 类, 鞣花酸、去氢木香内酯、去氢二异丁香酚、原儿茶酸、没食子酸、槲皮素、山柰酚为潜在质量差异标志物。结论 该方法精确灵敏, 稳定性、重复性良好, 可用于安神补心六味丸的质量控制及评价。

关键词: 安神补心六味丸; 化学成分; 含量测定; 化学模式识别; HPLC-MS/MS; 聚类分析; 主成分分析; 正交偏最小二乘法-判别分析

中图分类号: R927.2

文献标志码: A

文章编号: 1001-1528(2025)09-2834-07

doi: 10.3969/j.issn.1001-1528.2025.09.002

收稿日期: 2024-11-19

基金项目: 内蒙古自治区蒙医药协同创新中心国际合作项目 (MYYXTCJ202306); 内蒙古自治区蒙医药协同创新中心成果转化培育项目 (MYYXTPY202306); 内蒙古自治区科技计划项目 (2023YFHH0082); 内蒙古医科大学“致远”人才计划项目 (ZY20242115); 内蒙古医科大学面上项目 (YKD2024MS015)

作者简介: 刘成东 (1998—), 男, 硕士, 从事中药质量控制方法研究。E-mail: 2858209687@qq.com

* 通信作者: 王跃武 (1983—), 男, 博士, 副研究员, 硕士生导师, 从事中蒙药质量控制及其新剂型开发研究