

液质联用检测脑立清丸中水麦冬酸

LCMSMS-804

摘要：水麦冬酸用于药材半夏、虎掌的鉴别，本文采用岛津高效液相色谱--三重四极杆质谱联用系统，建立了脑立清丸中水麦冬酸的检测方法。参考《BJY 202302 脑立清丸（胶囊、片）中水麦冬酸检查项》补充检验方法，配制 0.25 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 对照溶液，并对脑立清丸进行提取，结果显示，0.25 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 水麦冬酸保留时间 8.68 min，S/N=346，满足标准灵敏度要求，3 批次脑立清丸样品未检出水麦冬酸。该方法灵敏度高，适用于脑立清制剂中半夏药材质量控制，保障临床用药安全。

关键词：三重四极杆液质联用系统 清半夏 虎掌南星 水麦冬酸 脑立清

技术特点：

- ❖ Shim-pack Scepter C18 系列色谱柱耐受纯水，适合高极性化合物分析。
- ❖ 灵敏度优于《BJY 202302 脑立清丸（胶囊、片）中水麦冬酸检查项》补充检验标准要求。

脑立清丸由清半夏、酒曲、牛膝、猪胆汁等药材组成，清半夏为天南星科植物半夏 *Pinellia ternata* (Thunb.) Breit. 的干燥块茎经炮制而成。半夏伪品较多，以虎掌南星居多。虎掌南星为天南星科植物虎掌的干燥块茎，外观与半夏类似，常规性状鉴别难以分辨，易带入以半夏为原料的中药复方制剂中，给该类制剂的安全有效用药带来隐患。

研究指出，水麦冬酸是虎掌南星特有的成分，可

用于区分半夏与虎掌南星。水麦冬酸在 210 nm 有末端吸收，使用 HPLC 难以实现低含量掺伪的检测；液质联用灵敏度高、选择性强，已有多篇文献、补充检验标准采用液质联用的方法。

本文参考《BJY 202302 脑立清丸（胶囊、片）中水麦冬酸检查项》补充检验方法，建立了基于 LCMSMS 鉴别方法，为进一步加强半夏药材质量控制，规范药材市场奠定基础。

实验部分

1.1 仪器

本实验采用岛津 LCMS-8045 高效液相色谱串联质谱系统。

具体配置为：

系统控制器：	CBM-40	脱气机：	DGU-40
输液泵：	LC-40BXR × 2	自动进样器：	SIL-40C XR
柱温箱：	CTO-40S	离子源：	ESI
色谱工作站：	LabSolutions Ver. 5.99		

1.2 分析条件

液相条件

色谱柱：Shim-pack Scepter C18(2.1×100 mm, 1.8 μm),
PN: 227-31012-05, 岛津（上海）实验器材有限公司

流动相：A 相 -0.1% 甲酸水，B 相 - 乙腈

流速：0.2 mL/min 柱温：30°C

进样体积：2 μL

洗脱方式：梯度洗脱，0-10 min :1-5%B

质谱条件

离子源参数

离子源：	ESI-	接口温度：	250℃
雾化气流速：	3.0 L/min	加热模块温度：	400℃
D L 温度：	150℃	干燥气流速：	10.0 L/min
干燥气流速：	10 L/min	扫描模式：	MRM

MRM 参数见表 2

表 1. MRM 参数

No.	中文名称	英文名称	CAS#	前体离子	产物离子	Q1 Pre Bias(V)	CE(V)	Q3 Pre Bias(V)
1	水麦冬酸	Triglochinic acid	31795-12-7	187.0	143.0*	20.0	10.0	12.0
					99.00	12.0	11.0	10.0

* 定量离子对

1.3 标准溶液配制

对照品 (0.25 µg/mL) 溶液：精密称取水麦冬酸标准品 10.0 mg，置于 10 mL 容量瓶中，加入乙腈 -0.1% 的甲酸溶液 (1:99) 至刻度线，即得 1 mg/mL 储备液。然后用乙腈 -0.1% 的甲酸溶液 (1:99) 稀释为 0.25 µg/mL，待测。

基质加标 (0.125 µg/mL) 溶液：取不含水麦冬酸供试品溶液 500 µL，加入对照品 (0.25 µg/mL) 溶液 500 µL，混匀，待测。

1.4 样品前处理

参考《BJY 202302 脑立清丸 (胶囊、片) 中水麦冬酸检查项》补充检验方法制备样品。

1.5 结果判断

供试品溶液色谱中，在与水麦冬酸对照品溶液色谱峰保留时间相应的位置上不得出现相同的色谱峰。

■ 结果与讨论

2.1 色谱图

对空白溶剂、水麦冬酸对照品、脑立清供试品、基质加标 (0.125 µg/mL) 溶液进行分析，其色谱图分别见图 1、2、3、4。空白无干扰，脑立清供试品本底含量极低，基质加标 (0.125 µg/mL) 溶液与水麦冬酸对照品出峰时间相同。

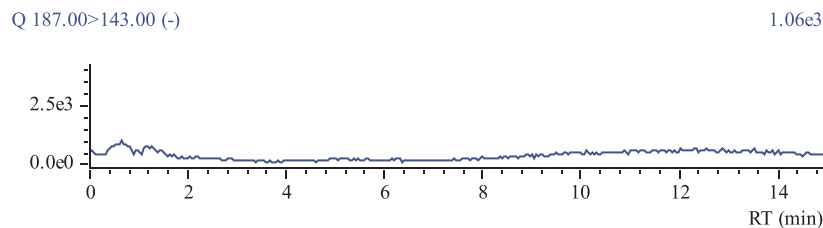


图 1 空白溶剂色谱图

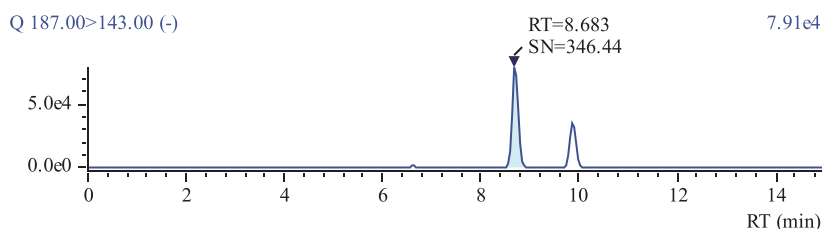


图 2 0.25 µg/ml 水麦冬酸标品色谱图

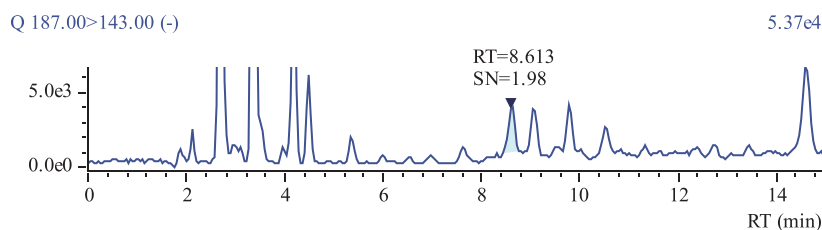


图3 脑立清丸样品色谱图

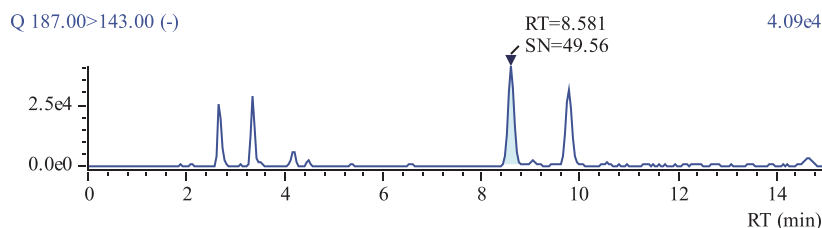


图4 脑立清丸样品基质加标 (0.125 µg/mL) 色谱图

2.2 检出限及定量限

对浓度为 0.25 µg/mL 的水麦冬酸对照溶液进样分析，由信噪比计算其检出限及定量限 (LOD, S/N=3; LOQ, S/N=10)，结果如表 2 所示。

表 2 水麦冬酸的检出限和定量限

名称	检出限 (µg/mL)	定量限 (µg/mL)
水麦冬酸	0.0024	0.0072

2.3 实际样品检测

对三批次脑立清丸样品进行分析，检出峰面积均小于 0.25 µg/mL 的水麦冬酸对照峰面积。三份样品色谱图如下所示。

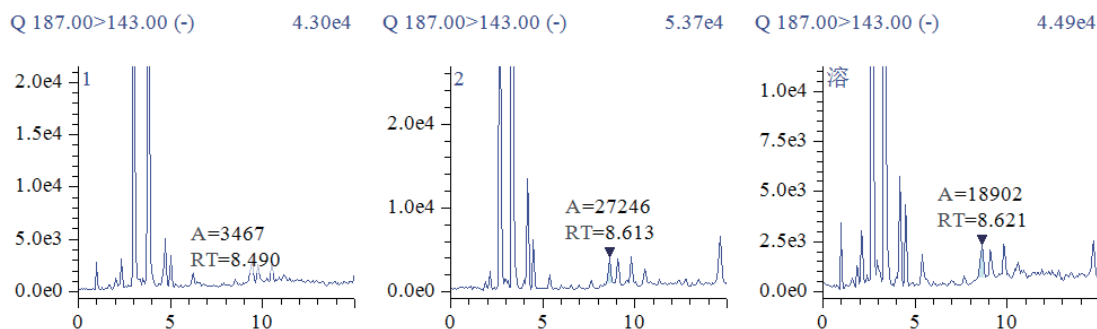


图5 脑立清丸样品“1”、“2”、“溶”色谱图

■ 结论

本文采用岛津超高效液相色谱质谱联用系统，对虎掌南星特征成分水麦冬酸进行检测。对市售三批脑立清丸样品进行测定，检出峰面积远低于对照品峰面积。该方法的建立及应用，可为半夏中掺伪虎掌南星的鉴定提供参考。

岛津应用云

