**止咳桃花散中湖贝甲素检查项检验方法**

**【检查】 湖北贝母 照高效液相色谱-质谱法（中国药典2020年版通则0512和 0431)测定。**

**色谱、质谱条件与系统适用性试验** 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂，以0.1%甲酸溶液为流动相A,以乙腈为流动相B，按照下表中的规定进行梯度洗脱；流速为0.2ml/min。

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 时间（min） | 流动相A(%) | 流动相B(%) |
| 0~20 | 15~25 | 85~75 |
| 20~40 | 25~50 | 75~50 |
| 30~32 | 50~20 | 50~80 |

采用质谱检测器，离子源为电喷雾电离（ESI（+）），毛细管电压为3 kV，锥孔电压为30 V，离子源温度为120 ℃，脱溶剂气温度为350 ℃，脱溶剂气流量为500 L/h，碰撞能量低能量off，梯度高能量为50~90 kV，碰撞气体为氩气，扫描时间为0.2 s，质量扫描范围：100~1500 m/z，采集过程中采用亮氨酸脑啡肽进行实时校准。

**对照品溶液的制备** 取湖贝甲素对照品适量，精密称定，加甲醇制成每lml含4μg的溶液，即得。**供试品浴液的制备** 取止咳桃花散粉末6.8g（含川贝母0.2g），精密称定，置具塞锥形瓶中，加氨水使湿润，碱化30分钟，加异丙醇-甲醇（1:1）混合溶液20 ml，超声处理30 分钟，滤至25 ml量瓶中，用异丙醇-甲醇（1:1）混合溶液洗涤药渣2～3次，加异丙醇-甲醇（1:1）至刻度，摇匀，滤过，弃去初滤液，即得。

**测定法** 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各5μl，注入高效液相色谱-质谱联用仪，测定，记录总离子流图。**结果判定** 供试品的图谱中,应不得检出与对照品溶液图谱相应的峰。

判定原则：<1>供试品图谱中，未出现与对照品溶液色谱相应的色谱峰，视为未检出；<2>供试品的图谱中，出现与对照品溶液色谱相应的谱峰，且供试品图谱的峰面积值不大于对照品溶液中相应的峰面积值，视为未检出；<3>供试品图谱中，同时出现与对照品溶液色谱相应的谱峰，且供试品色谱的谱峰面积值大于对照品溶液中相应的峰面积值，视为检出。