**龙胆泻肝丸中藏柴胡检查方法**

【检查】 藏柴胡成分 照高效液相色谱法（中国药典2020年版通则0512）和质谱法（中国药典2020年版通则0431）测定。

色谱条件 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（色谱柱粒径1.8μm）；以水为流动相A，乙腈为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟0.3ml。

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 时间（分钟） | 流动相A（%） | 流动相B（%） |
| 0~3 | 75→70 | 25→30 |
| 3~12 | 70→68 | 30→32 |
| 12~12.5 | 68→10 | 32→90 |
| 12.5~15.5 | 10 | 90 |
| 15.5~16 | 10→75 | 90→25 |
| 16~22 | 75 | 25 |

质谱条件 采用质谱检测器，电喷雾负离子模式（ESI-），进行多反应监测（MRM），选择m/z 943.5→797.5、m/z 943.5→635.4和m/z 943.5→781.5为检测离子对。对照品溶液（进样量为1μl）中柴胡皂苷Nepasaikosaponin k的色谱峰（m/z 943.5→797.5）信噪比应大于10︰1。

对照品溶液的制备 取柴胡皂苷Nepasaikosaponin k对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含0.5μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取装量差异项下的水丸，研细，取约0.7g；或取重量差异项下的浓缩丸，研细，取约0.33g；或取重量差异项下的蜜丸，剪碎，取约1.8g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入含5%浓氨试液的甲醇溶液25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率350W，频率37kHz）30分钟，取出，放冷，再称定重量，用含5%浓氨试液的甲醇溶液补足减失的重量，摇匀，用0.22μm微孔滤膜滤过，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各1μl，注入高效液相色谱-质谱联用仪，测定，即得。

结果判断 供试品的m/z 943.5→797.5、m/z 943.5→635.4和m/z 943.5→781.5提取离子流色谱图中，若同时出现与对照品色谱保留时间相同的色谱峰，则要求样品中m/z 943.5→797.5提取离子流图中色谱峰面积不得超过对照品m/z 943.5→797.5提取离子流图中的色谱峰面积。