**参桂鹿茸丸中拟人参皂苷F11的检查方法**

【**检查**】**拟人参皂苷F11** 照高效液相色谱法（中国药典2020年版四部通则0512）和质谱法（中国药典2020年版四部通则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（100mm\*2.1mm\*1.8μm），以甲醇为流动相A，0.1%甲酸水溶液为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为0.3ml/min；柱温为25℃。采用质谱检测器，电喷雾正离子模式（ESI+），扫描方式：多反应监测（MRM），选择m/z823.5（双电荷）→349.4和m/z823.5（双电荷）→497.8作为检测离子对。取对照品溶液，进样2ul，按上述离子对测定的MRM色谱峰的信噪比均应大于10:1。

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 时间（分钟） | 流动相A（%） | 流动相B（%） |
| 0～16 | 30→85 | 70→15 |

**对照品溶液的制备** 取拟人参皂苷F11对照品适量，精密称定，加80%甲醇制成1ml含50ng的溶液，即得。

**供试品溶液的制备** 取本品水蜜丸适量，研碎，取约1.8g；或取重量差异项下的小蜜丸或大蜜丸，剪碎，混匀，取约2.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入水10ml，密塞，超声处理（功率500W，频率40kHz）15分钟，并时时振摇使其溶散，再精密加入甲醇50ml，密塞，称定重量，超声处理（功率500W，频率40kHz）75分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，即得。

**测定法** 分别精密吸取对照品溶液和供试品溶液各2ul，注入高效液相色谱-质谱联用仪，测定，即得。

**判定原则** （1）供试品的提取离子流色谱中，未同时出现与对照品溶液色谱相应的色谱峰，视为未检出；（2）供试品的提取离子流色谱中，同时出现与对照品溶液色谱相应的色谱峰，且供试品色谱中m/z823.5（双电荷）→349.4的色谱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）供试品的提取离子流色谱中，同时出现与对照品溶液色谱相应的色谱峰，且供试品色谱中m/z823.5（双电荷）→349.4的色谱峰面积值大于对照品溶液中相应的峰面积值，视为检出。

**结果判定** 供试品的提取离子流色谱中，应不得检出与对照品溶液色谱相应的色谱峰。