**参桂鹿茸丸中ICP-MS方法测定汞元素含量的方法**

**【检查】 重金属及有害元素** 取本品，依法（中国药典2020年版四部通则2321）测定。

本品每日最大服用量计，含铅不得过9.9mg/kg；镉不得过389mg/kg；砷不得过83mg/kg；汞不得过2mg/kg；铜不得过20mg/kg。

**10、参桂鹿茸丸中HPLC指纹图谱检测方法**

【**指纹图谱**】照高效液相色谱法（中国药典2020年版四部通则0512）测定。

**色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（YMC Hydrosphere，柱长为250mm，柱内径为4.6mm，粒径为5µm）；以乙腈为流动相A，0.1%磷酸溶液为流动相B，按表1的规定进行梯度洗脱；流速为1ml/min；柱温30℃；检测波长按表2的规定进行波长切换。理论板数按黄芩苷峰计算应不低于5000。

表1 流动相梯度表

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 时间（分钟） | 流动相A（%） | 流动相B（%） |
| 0～10 | 2→4 | 98→96 |
| 10～20 | 4→10 | 96→90 |
| 20～40 | 10→12 | 90→88 |
| 40～75 | 12→27 | 88→73 |
| 75～90 | 27→53 | 73→47 |
| 90～120 | 53 | 47 |

表2 检测波长表

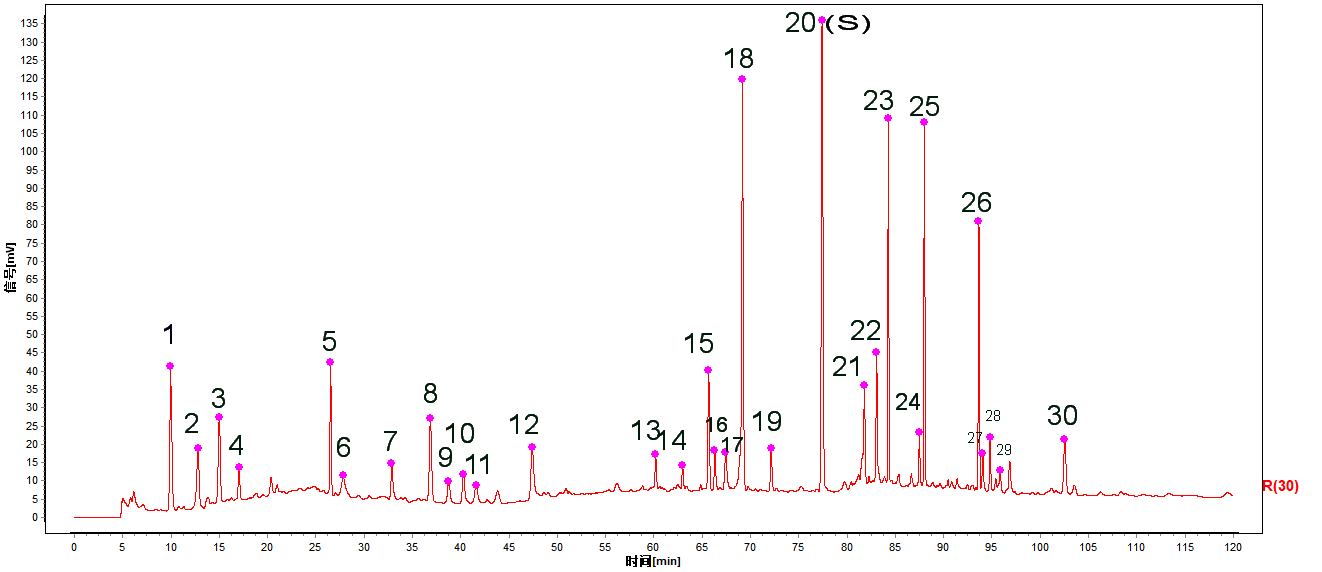
|  |  |
| --- | --- |
| 时间（min） | 检测波长（nm） |
| 0～14 | 270 |
| 14～50 | 241 |
| 50～68 | 273 |
| 68～79 | 300 |
| 79～120 | 270 |

**参照物溶液的制备** 取橙皮苷对照品、黄芩苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml各含0.1mg的参照物溶液。

# 供试品溶液的制备 取本品水蜜丸适量，研细，取约0.75g，精密称定；或取重量差异项下的大蜜丸或装量差异项下的小蜜丸适量，剪碎，混匀，取约1g，精密称定；置具塞锥形瓶中，精密加入80%甲醇10ml，密塞，称定重量，加热回流1小时，放冷，再称定重量，用80%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

**测定法** 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各10µ1，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品指纹图谱中应分别呈现与参照物色谱峰保留时间相同的色谱峰。按中药色谱指纹图谱相似度评价系统，供试品指纹图谱与对照指纹图谱经相似度计算，5分钟后色谱峰，其相似度不得低于0.90。



对照指纹图谱

30个共有峰中 峰2：没食子酸 峰3：5-羟甲基糠醛 峰5：马钱苷酸 峰6：莫诺苷

峰7：为绿原酸 峰8：龙胆苦苷 峰10：马钱苷 峰12：芍药苷 峰18：橙皮苷

峰20（S）：黄芩苷 峰23：汉黄芩苷 峰25：黄芩素 峰26：汉黄芩素

峰30：藁本内酯