**感冒清热颗粒中藏柴胡检查方法**

【藏柴胡】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。

色谱质谱条件 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（色谱柱粒径2.7μm）；以乙腈-0.1%甲酸溶液为流动相，进行梯度洗脱，洗脱程序见下表，流速为每分钟0.3ml；采用质谱检测器，电喷雾负离子（ESI-），进行多反应监测（MRM），选择m/z 943.5→635.5、m/z 943.5→797.5、m/z 943.5→781.2为检测离子对进行检测。对照品溶液（进样量为5μl）中柴胡皂苷K的色谱峰（m/z 943.5→797.5）信噪比应大于10:1。

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 时间 | 流动相A | 流动相B |
| 0 | 30 | 70 |
| 2 | 30 | 70 |
| 5 | 45 | 55 |
| 6 | 30 | 30 |
| 10 | 30 | 30 |

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

供试品溶液的制备 取装量差异项下的本品，研细，混匀，取约相当于柴胡0.5g的样品，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，即得。

判定原则 （1）供试品提取离子流色谱中，未同时检出对照品溶液色谱相应的色谱峰，视为未检出。（2）供试品提取离子流色谱中，同时检出对照品溶液色谱相应的色谱峰，且供试品色谱中m/z 943.5→797.5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，同时检出对照品溶液色谱相应的色谱峰，且供试品色谱中m/z 943.5→797.5的色谱峰面积值大于对照品溶液中的相应的峰面积值，视为检出。

结果判断 供试品的提取离子流色谱中，应不得检出对照品溶液色谱相应的色谱峰。