**参苓白术制剂（参苓白术散、参苓白术丸）中拟人参皂苷F11和人参皂苷Rf检查方法**

**照高效液相色谱-质谱法（中国药典2020年版四部通则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（色谱柱内径2.1mm）；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0.35ml/min；柱温为40℃；采用质谱检测器，电喷雾负离子模式（ESI-），进行多反应监测（MRM），选择拟人参皂苷F11质荷比m/z 799.6→653.7和m/z 799.6→491.6，人参皂苷Rf质荷比m/z 799.6→637.6 和m/z 799.6→475.6 作为监测离子对。

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **时间（分钟）** | **流动相A（%）** | **流动相B（%）** |
| 0～2 | 80→50 | 20→50 |
| 2～4.5 | 50→20 | 50→80 |

**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30%甲醇制成每1ml含26ng的溶液；取人参皂苷Rf对照品适量，精密称定，加30%甲醇制成每1ml含24ng的溶液即得。

**供试品溶液的制备** 取本品细粉（丸剂研细）约0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入30%甲醇25ml，密塞，超声处理（功率500W，频率53kHz）30分钟，取出，放冷，滤过，精密量取续滤液1ml，置10ml量瓶中，用30%甲醇稀释定容至刻度，用0.2µm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5μl，注入液相色谱-质谱联用仪，测定，记录色谱图。

**结果判断**

**拟人参皂苷F11** （1）供试品溶液的提取离子流色谱中，未同时出现与拟人参皂苷F11对照品溶液色谱相应的色谱峰，视为未检出。（2）供试品溶液的提取离子流色谱中，同时出现与拟人参皂苷F11对照品溶液色谱相应的色谱峰，但供试品色谱中*m/z799.6→653.7*的色谱峰峰面积值不大于拟人参皂苷F11对照品溶液相应的峰面积值，视为未检出。（3）供试品溶液的提取离子流色谱中，同时出现与拟人参皂苷F11对照品溶液色谱相应的色谱峰，且供试品色谱中*m/z799.6→653.7*的色谱峰峰面积值大于拟人参皂苷F11对照品溶液相应的峰面积值，视为检出。

**人参皂苷Rf** （1）供试品溶液的提取离子流色谱中，未同时出现与人参皂苷Rf对照品溶液色谱相应的色谱峰，视为未检出。（2）供试品溶液的提取离子流色谱中，同时出现与人参皂苷Rf对照品溶液色谱相应的色谱峰，但供试品色谱中*m/z799.6→637.6*的色谱峰峰面积值不大于人参皂苷Rf对照品溶液相应的峰面积值，视为未检出。（3）供试品溶液的提取离子流色谱中，同时出现与人参皂苷Rf对照品溶液色谱相应的色谱峰，且供试品色谱中*m/z799.6→637.6*的色谱峰峰面积值大于人参皂苷Rf对照品溶液相应的峰面积值，视为检出。

**结果判定** 供试品的提取离子流色谱中，应不得检出与拟人参皂苷F11对照品溶液色谱相应的色谱峰，但应检出与人参皂苷Rf对照品溶液色谱相应的色谱峰。