**妇炎康复片中藏柴胡液质联用项目检验方法**

**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（色谱柱粒径1.7μm）；以乙腈为流动相A，水为流动相B，按表1中的规定进行梯度洗脱；流速为0.2ml/min。采用质谱检测器，电喷雾负离子模式（ESI-），进行多反应检测（MRM），选择m/z943.5→797.3、m/z943.5→635.3和m/z943.5→781.3为检测离子对。对照品溶液（进样量为5μl）中柴胡皂苷Nepasaikosaponin k的色谱峰（m/z943.5→797.3）信噪比应大于10:1。

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 时间（分钟） | 流动相A（%） | 流动相B（%） |
| 0～5 | 15→25 | 85→75 |
| 5～30 | 25→30 | 75→70 |
| 30～35 | 30→90 | 70→10 |
| 35～36 | 90→15 | 10→85 |
| 36～40 | 15 | 85 |

**对照品溶液的制备** 取Nepasaikosaponin k对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含1.7μg的溶液，即得。

**藏柴胡参比溶液的制备** 取藏柴胡对照药材0.2g、北柴胡对照药材1.8g，精密称定，置烧杯中，加水约150ml，煎煮3次，分别为1小时、1小时、0.5小时，离心，上清液合并，浓缩至适量，置100ml容量瓶中，加入含5%浓氨试液的甲醇溶液定容，摇匀，用0.22μm微孔滤膜滤过，即得。

**供试品溶液的制备** 取本品适量，研细，取约相当于柴胡0.5g的样品，精密称定，精密加入含5%浓氨试液的甲醉溶液25ml，称定重量，超声处理（功率500W，频率40kHz）30分钟，放冷，再称定重量，用含5%浓氨试液的甲醉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）供试品的提取离子流色谱中，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/z943.3→797.3的色谱峰面积值不大于对照品溶液中相应的峰面积值者，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/z943.3→797.3的色谱峰面积值大于对照品溶液中相应的峰面积值者，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。