**UPLC/MS/MS法测定导赤丸中26种代表性成分的方法**

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（粒径约2.1μm）为填充剂；以乙腈为流动相A，0.1%甲酸为流动相B；柱温40℃；流速0.3ml/min；按下表中的规定进行梯度洗脱。

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 时间（分钟） | 流动相A（%） | 流动相B（%） |
| 0~15 | 10→40 | 90→60 |
| 15~20 | 40→60 | 60→40 |

以三重四极杆串联质谱仪检测；电喷雾离子源（ESI），扫描方式：正负离子同时扫描，监测模式：多反应监测模式（MRM），正离子化电压：5500V，负离子化电压：-4500V；各化合物质谱参数详见表1。

表1各化合物监测离子对及主要质谱参数表

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 名称 | 母离子（m/z） | 子离子（m/z） | CE (V) |
| 木通苯乙醇苷B | 477 | 161 | -34 |
| 477 | 315 | -33 |
| 哈巴苷 | 363 | 183 | -20 |
| 363 | 201 | -18 |
| 哈巴俄苷 | 493 | 147 | -19 |
| 493 | 345 | -13 |

对照品溶液的制备 取各待测成分对照品适量，精密称定，加70%甲醇分别制成每1ml含哈巴苷4μg、哈巴俄苷2μg、木通苯乙醇苷B 1μg的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品，水蜜丸研细或大蜜丸剪碎，混匀，取约0.3g，加70%甲醇25ml，称定重量，密塞，超声处理(功率250W，频率40kHz)30分钟，取出，放冷，用70%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，经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1µl，注入超高效液相色谱-质谱仪，测定，即得。