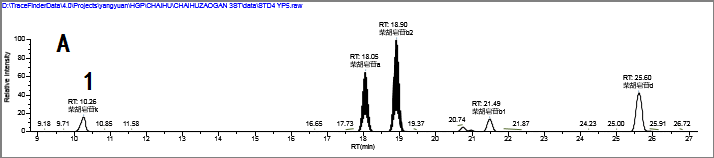
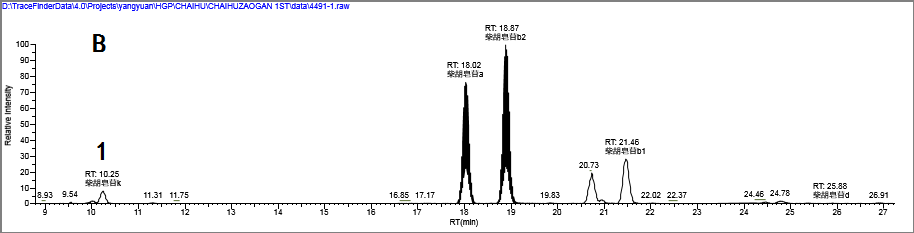
##### 护肝制剂中藏柴胡检查方法

**【含量测定】**照高效液相色谱法（中国药典2015年版通则0512）和质谱法（中国药典2015年版通则0431）测定。

**色谱条件与系统适用性** 采用YMC-Triart C18（150mm × 2.1mm，3μm）色谱柱；以乙腈为流动相A，0.1％甲酸为流动相B，梯度洗脱（0～3分钟，A相25～30％；3～30分钟，A相30～50％；30～31分钟，A相50～90％；31～35分钟，A相90％；35～36分钟，A相90～25％；36～45分钟，A相25％）；流速：0.3ml/min；柱温：35℃；进样量：5μl。电喷雾负离子化检测（ESI-）；喷雾电压：3500V；鞘气压力：35Arb；辅助气压力：5Arb；毛细管温度：325℃；雾化温度：350℃；测定法采用选择反应监测模式（SRM），选择m/z 943.5→797.5、m/z 943.5→635.4和m/z 943.5→781.5为检测离子对，碰撞电压均为40V；结果见图22。





1 柴胡皂苷k

A 对照品 B样品

1. 护肝制剂中柴胡皂苷k SRM质谱图

**对照品溶液的制备** 取柴胡皂苷k对照品适量，加甲醇制成每1ml含12.64μg/的溶液，即得。

**供试品溶液的制备**  护肝片：取本品10片，除去包衣，精密称定，研细，取约1.4g，精密称定，加甲醇20ml，超声，放冷，滤过，用甲醇补足减失的重量，摇匀，即得。护肝胶囊：取装量差异项下的本品内容物，混匀，取适量，研细，取约1.4g，精密称定，加甲醇20ml，超声，放冷，滤过，用甲醇补足减失的重量，摇匀，即得。

**测定法**  分别精密吸取供试品溶液及对照品溶液各1μl，注入液相-串联质谱仪，测定，即得。

柴胡皂苷k的限度拟定为10μg/片（粒）。