**元胡止痛片指纹图谱检查方法**

【指纹图谱】照高效液相色谱法(中国药典2015年版四部通则0512)测定。

色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（资生堂MG C18 4.6×250mm，5μm）；以乙腈-四氢呋喃（5：3）为流动相A，以0.6%冰乙酸溶液（用三乙胺调节pH值至6.0）为流动相B；检测波长为220nm。理论板数按延胡索乙素峰计算应不低于5000。

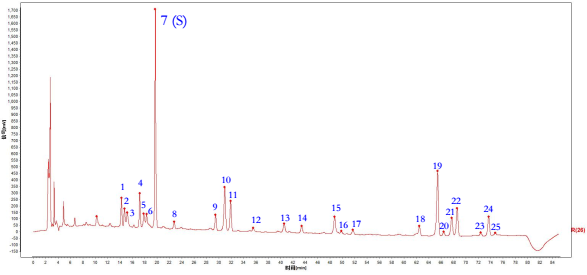
|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 时间（分钟） | 流动相A(%) | 流动相B(%) |
| 0〜75 | 12→49 | 88→51 |
| 75〜76 | 49→12 | 51→88 |
| 76〜85 | 12 | 88 |

参照物溶液的制备 取盐酸黄连碱、盐酸巴马汀、脱氢紫堇碱、水合氧化前胡素、延胡索乙素、欧前胡素、延胡索甲素、异欧前胡素对照品，加甲醇制成每1ml含0.1mg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取元胡止痛片，除去包衣，研细，取约10片量，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇15ml，超声处理（功率300W，频率25kHz）30分钟，放冷，用微孔滤膜（0.45μm）滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，记录色谱图，在5〜80分钟范围内对高于脱氢紫堇碱峰面积千分之五的色谱峰进行积分，即得。

按中药色谱指纹图谱相似度评价系统，供试品指纹图谱与对照指纹图谱经相似度计算，相似度不得低于0.80。



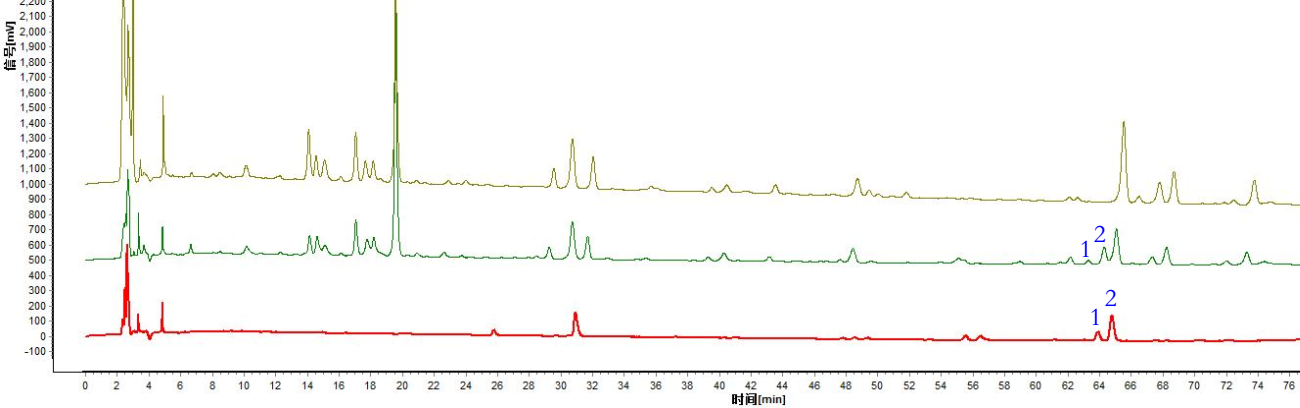
对照指纹图谱

峰1：盐酸黄连碱 峰3：原阿片碱 峰4：盐酸巴马汀 峰6：盐酸小檗碱

峰7(S)：脱氢紫堇碱 峰8：花椒毒酚 峰9：白当归素 峰11：水合氧化前胡素

峰12：花椒毒素 峰13：D-四氢药根碱 峰14：佛手柑内酯 峰15：延胡索乙素

峰16：氧化前胡素 峰19：欧前胡素 峰21：延胡索甲素 峰24：异欧前胡素

****

山药蛋掺伪对比图

各图谱从上到下依次为：元胡止痛片样品（正常）、元胡止痛片样品（山药蛋掺伪）、

山药蛋药材