**清热解毒制剂品种山麦冬的检查项目高效液相色谱-质谱联用方法**

**【检查】山麦冬** 照高效液相色谱-质谱法（《中国药典》2020年版通则0512和通则0431）测定。

**色谱、质谱条件与系统适应性试验** 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（内径2.1mm，粒径1.8μm）；以乙腈为流动相A，以0.1%甲酸溶液为流动相B，按下表18-1进行梯度洗脱，流速为每分钟0.3ml；采用串联四级杆质谱检测器，电喷雾离子化（ESI）正离子模式，多反应离子监测（MRM），选择m/z723.50→251.20和m/z723.50→269.20（山麦冬皂苷B）、m/z893.60→463.10和m/z893.60→481.20（短葶山麦冬皂苷C）作为检测离子对进行检测。理论塔板数按山麦冬皂苷B和短葶山麦冬皂苷C计应不低于8000。

表18-1 梯度洗脱程序

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 时间（分钟） | 流动相A（%） | 流动相B（%） |
| 0～3 | 20→50 | 80→50 |
| 3～6 | 50→95 | 50→5 |
| 6～7 | 95 | 5 |

**对照品溶液的制备** 取山麦冬皂苷B和短葶山麦冬皂苷C对照品适量，精密称定，加50%甲醇制成每1ml含0.2μg的对照品溶液，即得。

**供试品溶液的制备** 口服液：精密量取取本品5ml，置50ml量瓶中，加50% 甲醇适量，振摇，用50%甲醇稀释至刻度，摇匀，放置，滤过，取续滤液，即得。

片剂：取本品20片，除去包衣，精密称定，研细，取0.3g，精密称定，置50ml量瓶中，加50%甲醇适量，超声处理（功率200W，频率53kHz）30分钟，放冷，用50%甲醇定容至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

**测定法** 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各1μl，注入液相色谱-质谱联用仪，测定，即得。

供试品色谱中不得呈现与对照品色谱峰保留时间相对应的色谱峰；若检出色谱峰的保留时间与对照品一致，且所选的两个离子对均出现，而且所选的检测离子对峰面积比与对照品的检测离子峰面积比一致（相对比例＞50%，允许±25%偏差：相对比例＞10%~20%，允许±30%偏差；相对比例≤10%，允许±50%偏差)，则可判断样品中存在该物质。如果不能确证，选用其他监测离子对重新进样确证或选用其他检测方式的分析仪器来确证，如选用高分辨率质谱等确证手段。