九味羌活丸

Jiuwei Qianghuo Wan

【检查】 总灰分 不得过 7.0 %（通则 2302）。

酸不溶性灰分 不得过 2.0%（通则 2302）。

马兜铃酸Ⅰ 取本品适量，研细，取约 1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 70%甲醇 25ml，密塞，称定重量，超声处理(功率 250W，频率 40kHz)30 分钟，取出，放冷，再称定重量，用 70%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，作为供试品溶液。另取马兜铃酸Ⅰ对照品适量，精密称定，加 70%甲醇制成每 1ml 含 20ng 的溶液，作为对照品溶液。以十八烷基硅烷键合硅胶（粒径约 1.7μm）为填充剂；以乙腈为流动相 A，0.1%甲酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；柱温为 30℃；流速为每分钟 0.3ml。采用三重四极杆质谱检测器，电喷雾离子化（ESI）正离子模式，进行多反应监测（MRM），选择质荷比（m/z）359.0→298.0 和 359.0→296.0 离子对进行监测。照高效液相色谱法-质谱法（通则 0512 和通则 0431）试验。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~10	35→38	65→62

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-质谱仪，测定。以质荷比（m/z）359.0→298.0 和 359.0→296.0 离子对提取的供试品离子流色谱中，应不得同时出现与对照品色谱保留时间一致的色谱峰；若同时出现，则供试品中 m/z359.0→298.0 的色谱峰应小于对照品色谱峰。

其他 应符合丸剂项下有关的各项规定（通则 0108）。