

附件 1

饮料、茶叶及相关制品中对乙酰氨基酚等 59 种化合物的测定

BJS 201713

1 范围

本方法规定了食品中对乙酰氨基酚等 59 种化合物检测的制样和液相色谱-串联质谱测定方法。

本方法适用于饮料、茶叶及相关制品等食品中 59 种化合物单个或多个化合物的定性测定，必要时可参考本方法测定添加成分含量。

2 原理

试样经甲醇或 0.1% 甲酸-甲醇超声提取，过滤后，上清液供高效液相色谱-串联质谱检测。

3 试剂和材料

除特殊注明外，所有试剂均为分析纯，水为符合 GB/T 6682 规定的一级水。

3.1 试剂

3.1.1 甲醇 (CH₃OH)：色谱纯

3.1.2 甲酸 (HCOOH)：色谱纯

3.1.3 乙腈 (CH₃CN)：色谱纯

3.1.4 甲酸铵 (CH₃COONH₄)：色谱纯

3.1.5 0.1% 甲酸甲醇溶液：取甲酸 1 mL 用甲醇稀释至 1000 mL。

3.1.6 5 mmol/L 甲酸铵溶液：称取甲酸铵 (3.1.4) 0.315g，加水溶解并定容至 1000mL。

3.1.7 5 mmol/L 甲酸铵溶液 (含 0.1% 的甲酸)：取甲酸 1mL，称取甲酸铵 (3.1.4) 0.315g，加水溶解并定容至 1000mL。

3.1.8 0.1% 甲酸乙腈：取甲酸 1mL，加乙腈稀释至 1000mL。

3.2 标准品

对乙酰氨基酚、氨基比林、保泰松、地西洋、罗通定、酮洛芬、甲芬那酸、氯唑沙宗、安替比林、异丙安替比林、非那西丁、盐酸苯海拉明、磺胺甲恶唑、甲氧苄啶、氯苯那敏、阿司匹林、布洛芬、安乃近、曲安西龙、泼尼松龙、氢化可的松、泼尼松、可的松、甲基泼尼松龙、倍他米松、地塞米松、氟米松、倍氯米松、曲安奈德、氟氢缩松、曲安西龙双醋酸酯、泼尼松龙醋酸酯、氟米龙、氢化可的松醋酸酯、地夫可特、氟氢可的松醋酸酯、泼尼松醋酸酯、可的松醋酸酯、甲基泼尼松龙醋酸酯、倍他米松醋酸酯、布地奈德、氢化可的松丁酸酯、地塞米松醋酸酯、氟米龙

醋酸酯、氢化可的松戊酸酯、曲安奈德醋酸酯、氟轻松醋酸酯、二氟拉松双醋酸酯、倍他米松戊酸酯、泼尼卡酯、哈西奈德、阿氯米松双丙酸酯、安西奈德、氯倍他索丙酸酯、氟替卡松丙酸酯、莫米他松糠酸酯、倍他米松双丙酸酯、倍氯米松双丙酸酯、氯倍他松丁酸酯。上述化合物的中文名称、英文名称、CAS 登录号、分子式、相对分子质量详见附录 A 中的表 A.1，纯度均 $\geq 98\%$ 。

3.3 标准溶液配制

3.3.1 标准储备液 (400 $\mu\text{g}/\text{mL}$): 精密称取各化合物 (除阿司匹林外) 10 mg 分别于 25 mL 容量瓶中, 用甲醇 (3.1.1) 溶解并稀释至刻度, 配制成浓度为 400 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准储备液; 精密称取阿司匹林 10 mg 于 25 mL 容量瓶中, 用 0.1% 甲酸甲醇溶液 (3.1.5) 溶解并稀释至刻度, 配制成浓度为 400 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准储备液。

3.3.2 混合标准中间液 A (200 ng/mL): 分别精密吸取氯苯那敏、氨基比林、罗通定、甲氧苄啶、非那西丁、苯海拉明、异丙安替比林、氟米龙醋酸酯、安替比林、磺胺甲恶唑、甲基泼尼松龙、曲安奈德、曲安西龙双醋酸酯、布地奈德、曲安奈德醋酸酯、倍他米松戊酸酯、地西洋、保泰松、泼尼卡酯、氯倍他索丙酸酯、倍他米松双丙酸酯、倍氯米松双丙酸酯标准储备液 (400 $\mu\text{g}/\text{mL}$) (3.3.1) 各 0.05 mL, 置于同一 100 mL 容量瓶中, 用甲醇 (3.1.1) 稀释并定容至刻度, 摇匀, 制成浓度为 200 ng/mL 的标准使用液。

3.3.3 混合标准中间液 B (500 ng/mL): 分别精密吸取泼尼松龙醋酸酯、氟轻松醋酸酯、二氟拉松双醋酸酯、安西奈德、阿氯米松双丙酸酯、氟替卡松丙酸酯、莫米他松糠酸酯、氯倍他松丁酸酯、对乙酰氨基酚、泼尼松龙、可的松、倍他米松、地塞米松、氢化可的松丁酸酯、氢化可的松戊酸酯标准储备液 (400 $\mu\text{g}/\text{mL}$) (3.3.1) 各 0.125 mL, 置于同一 100 mL 容量瓶中, 用甲醇 (3.1.1) 稀释并定容至刻度, 制成浓度为 500 ng/mL 的标准使用溶液。

3.3.4 混合标准中间液 C (1 $\mu\text{g}/\text{mL}$): 分别精密吸取泼尼松、氢化可的松、氟米松、倍氯米松、酮洛芬、氢化可的松醋酸酯、氟米龙、地夫可特、泼尼松醋酸酯、可的松醋酸酯、甲基泼尼松龙醋酸酯、倍他米松醋酸酯、地塞米松醋酸酯、甲芬那酸标准储备液 (400 $\mu\text{g}/\text{mL}$) (3.3.1) 各 0.25 mL, 置于同一 100 mL 容量瓶中, 用甲醇 (3.1.1) 稀释并定容至刻度, 摇匀, 制成浓度为 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准使用溶液。

3.3.5 混合标准中间液 D (5 $\mu\text{g}/\text{mL}$): 分别精密吸取氟氢可的松醋酸酯、曲安西龙、氟氢缩松、哈西奈德、安乃近、布洛芬、氯唑沙宗标准储备液 (400 $\mu\text{g}/\text{mL}$) (3.3.1) 各 1.25 mL, 置于同一 100 mL 容量瓶中, 用甲醇稀释并定容至刻度, 摇匀, 制成浓度为 5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准使用溶液。精密吸取阿司匹林标准储备液 (400 $\mu\text{g}/\text{mL}$) (3.3.1) 1.25 mL, 置于 100 mL 容量瓶中, 用 0.1% 甲酸甲醇溶液 (3.1.5) 稀释并定容至刻度, 摇匀, 单独制成浓度为 5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准使用溶液。

3.3.6 混合标准工作溶液: 分别准确吸取混合标准中间液 A (3.3.2)、混合标准中间 B (3.3.3)、混合标准中间液 C (3.3.4) 和混合标准中间液 D (3.3.5) 适量, 用甲醇 (3.1.1) 稀释, 摇匀, 作为

系列标准工作溶液 S1~S5, 浓度依次为混合标准中间液 A 中各化合物 2 ng/mL、4 ng/mL、8 ng/mL、12 ng/mL、20 ng/mL; 混合标准中间液 B 中各化合物 5 ng/mL、10 ng/mL、20 ng/mL、30 ng/mL、50 ng/mL; 混合标准中间液 C 中各化合物 10 ng/mL、20 ng/mL、40 ng/mL、60 ng/mL、100 ng/mL 及混合标准中间液 D 中各化合物 50 ng/mL、100 ng/mL、200 ng/mL、300 ng/mL、500 ng/mL, 临用新配或依仪器响应情况配制适当浓度的混合标准工作溶液。阿司匹林标准曲线需单独用 0.1%甲酸甲醇 (3.1.5) 溶液配制, 浓度为 50 ng/mL、100 ng/mL、200 ng/mL、300 ng/mL、500 ng/mL。

4 仪器和设备

4.1 液相色谱--串联质谱法: 带电喷雾离子源。

4.2 分析天平: 感量 0.01 mg 和 0.0001 g。

4.3 涡旋振荡器。

4.4 超声仪。

5 分析步骤

5.1 试样的制备

测定阿司匹林用样液: 称取研磨后混匀的代用茶、茶叶或摇匀的液体饮料 1g (精确至 0.0001g), 置于 50 mL 量瓶中, 加入 0.1%甲酸甲醇溶液 (3.1.5) 约 40 mL, 涡旋 2 min, 超声 30 min, 放冷至室温, 用 0.1%甲酸甲醇溶液定容至刻度, 摇匀, 过微孔滤膜 (0.22 μ m, 尼龙膜), 取滤液, 根据实际浓度适当稀释至标准曲线线性范围内, 供液相色谱-质谱联用仪分析。除不加试样外, 均按试样同法操作, 作为空白溶液。

测定其他化合物用样液: 称取研磨后混匀的代用茶、茶叶或摇匀的液体饮料 1g (精确至 0.0001g), 置于 50 mL 量瓶中, 加入甲醇 (3.1.1) 约 40 mL, 涡旋 2 min, 超声 30 min, 放冷至室温, 用甲醇定容至刻度, 摇匀, 过微孔滤膜 (0.22 μ m, 尼龙膜), 取滤液, 根据实际浓度适当稀释至标准曲线线性范围内, 供液相色谱-质谱联用仪分析。除不加试样外, 均按试样同法操作, 作为空白溶液。

供测定用样液应在制备后 12 小时内进样。

5.2 仪器参考条件

5.2.1 色谱条件

5.2.1.1 正模式

a) 色谱柱: Acclaim RSLC C₁₈ (2.1 \times 100 mm, 2.2 μ m), 或性能相当者。

b) 流动相: 5 mmol/L 甲酸铵溶液 (含 0.1%的甲酸) (3.1.7); B 相: 0.1%甲酸乙腈 (3.1.8), 梯度洗脱程序见表 1。

c) 流速: 0.3 mL/min。

d) 柱温: 30 $^{\circ}$ C。

e) 进样量: 2 μ L。

f) 运行时间: 35 min。

表 1 梯度洗脱

TIME	A/%	B/%
0	95	5
1	95	5
17	63	37
27	15	85
28	5	95
31	5	95
32	95	5
35	95	5

5.2.1.2 负模式

a) 色谱柱: Acclaim RSLC C₁₈ (2.1 \times 100 mm, 2.2 μ m), 或性能相当者。

b) 流动相: A 相: 5 mmol/L 甲酸铵溶液 (3.1.6); B 相: 乙腈 (3.1.3), 梯度洗脱程序见表 2。

c) 柱温: 30 $^{\circ}$ C。

d) 流速: 0.3 mL/min。

e) 进样量: 2 μ L。

f) 运行时间: 16 min。

表 2 梯度洗脱

TIME	A/%	B/%
0	95	5
1	95	5
11	5	95
13	5	95
14	95	5
16	95	5

5.2.2 质谱条件

a) 离子源: 电喷雾离子源 (ESI)

b) 扫描方式: 多反应监测模式 (MRM)

c) 干燥气、雾化气、鞘气等均为高纯氮气或其他合适气体, 使用前应调节相应参数使质谱灵敏度达到检测要求, 毛细管电压、干燥气温度、鞘气温度、鞘气流量、碰撞能量等参数应优化至最佳灵敏度, 监测离子对和定量离子对等信息详见附录 B。

注: (1) 方法提供的监测离子对等测定条件为推荐条件, 各实验室可根据所配置仪器的具体情况作出适当调整; 在样品基质有测定干扰的情况下, 可选用其他监测离子对。

(2) 为提高检测灵敏度, 可根据保留时间分段监测各化合物。

5.3 定性测定

按照高效液相色谱-串联质谱条件测定试样和标准工作溶液，记录试样和标准溶液中各化合物的色谱保留时间，以相对于最强离子丰度的百分比作为定性离子对的相对丰度，记录浓度相当的试样与标准工作溶液中相应成分的相对离子丰度。当试样中检出与 59 种化合物中某标准品质量色谱峰保留时间一致的色谱峰（变化范围在±2.5%之内），并且相对离子丰度（k）允许偏差不超过表 3 规定的范围，可以确定试样中检出相应化合物。

表 3 定性时供试品溶液中离子相对丰度的允许偏差范围

相对丰度 (%)	最大允许偏差 (%)
$k > 50\%$	±20
$50\% \geq k > 20\%$	±25
$20\% \geq k > 10\%$	±30
$k \leq 10\%$	±50

5.4 定量测定

5.4.1 标准曲线的制作

将混合标准工作溶液（3.3.6）分别按仪器参考条件（5.2）进行测定，得到相应的标准溶液的色谱峰面积。以混合标准工作溶液的浓度为横坐标，以色谱峰的峰面积为纵坐标，绘制标准曲线。

5.4.2 试样溶液的测定

将试样溶液（5.1）按仪器参考条件（5.2）进行测定，得到相应的样品溶液的色谱峰面积。根据标准曲线得到待测液中组分的浓度。

6 结果计算

按下式（1）计算试样中待测物的含量：

$$X = \frac{c \times V}{1000 \times m} \times f \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- X — 试样中各待测物的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；
- c — 从标准曲线中读出的供试品溶液中各待测物的浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；
- V — 样液最终定容体积，单位为毫升（mL）；
- m — 试样溶液所代表的质量，单位为克（g）；
- f — 稀释倍数；

计算结果以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示，结果保留三位有效数字。

7 检测方法的灵敏度、精密度

7.1 灵敏度

当样品取样量为 1 g，定容体积为 50mL 时，本方法中各化合物的定量限如下：

安替比林、氨基比林、保泰松、倍氯米松双丙酸酯、倍他米松双丙酸酯、倍他米松戊酸酯、苯海拉明、布地奈德、地西泮、非那西丁、氟米龙醋酸酯、磺胺甲恶唑、甲基泼尼松龙、甲氧苄啶、罗通定、氯倍他索丙酸酯、氯苯那敏、泼尼卡酯、曲安奈德、曲安奈德醋酸酯、曲安西龙双醋酸酯、异丙安替比林定量限为 0.1mg/kg;

泼尼松龙醋酸酯、氟轻松醋酸酯、二氟拉松双醋酸酯、阿氯米松双丙酸酯、安西奈德、氟替卡松丙酸酯、莫米他松糠酸酯、氯倍他松丁酸酯、对乙酰氨基酚、泼尼松龙、可的松、倍他米松、地塞米松、氢化可的松丁酸酯、氢化可的松戊酸酯定量限为 0.25mg/kg;

氢化可的松、泼尼松、氟米松、倍氯米松、酮洛芬、氟米龙、氢化可的松醋酸酯、地夫可特、泼尼松醋酸酯、可的松醋酸酯、甲基泼尼松龙醋酸酯、倍他米松醋酸酯、地塞米松醋酸酯、甲芬那酸定量限为 0.5mg/kg;

曲安西龙、氟氢缩松、氟氢可的松醋酸酯、哈西奈德、阿司匹林、布洛芬、氯唑沙宗、安乃近定量限为 2.5mg/kg。

7.2 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 15%。

附录 A

59 种化合物的相关信息

表 A.1 59 种解热镇痛类化合物中文名称、英文名称、CAS 登录号、分子式、相对分子质量

序号	化合物名称	英文名称	CAS 登录号	分子式	相对分子质量
1	对乙酰氨基酚	4-Acetamadophenol	103-90-2	C ₈ H ₉ NO ₂	151.1
2	氨基比林	Aminophenazone	58-15-1	C ₁₃ H ₁₇ N ₃ O	231.1
3	甲氧苄啶	Trimethoprim	738-70-5	C ₁₄ H ₁₈ N ₄ O ₃	290.1
4	安替比林	Antipyrine	60-80-0	C ₁₁ H ₁₂ N ₂ O	188.1
5	磺胺甲恶唑	Sulfamethoxazole	723-46-6	C ₁₀ H ₁₁ N ₃ O ₃ S	253.1
6	非那西丁	Phenacetin	62-44-2	C ₁₀ H ₁₃ NO ₂	179.1
7	氯苯那敏	Chlorpheniramine maleate	113-92-8	C ₂₀ H ₂₃ ClN ₂ O ₄	390.1
8	曲安西龙	Triamcinolone	124-94-7	C ₂₁ H ₂₇ FO ₆	394.2
9	罗通定	Tetrahydropalmatine	10097-84-4	C ₂₁ H ₂₅ NO ₄	355.2
10	泼尼松龙	Prednisolone	50-24-8	C ₂₁ H ₂₈ O ₅	360.2
11	泼尼松	Prednisone	53-03-2	C ₂₁ H ₂₆ O ₅	358.4
12	氢化可的松	Hydrocortisone	50-23-7	C ₂₁ H ₃₀ O ₅	362.2
13	可的松	Cortisone	53-06-5	C ₂₁ H ₂₈ O ₅	360.2
14	盐酸苯海拉明	Diphenhydramine Hydrochloride	147-24-0	C ₁₇ H ₂₂ ClNO	291.1
15	甲基泼尼松龙	Methylprednisolone	83-43-2	C ₂₂ H ₃₀ O ₅	374.2
16	异丙安替比林	Propyphenazone	479-92-5	C ₁₄ H ₁₈ N ₂ O	230.1
17	倍他米松	Betamethasone	378-44-9	C ₂₂ H ₂₉ FO ₅	392.2
18	地塞米松	Dexamethasone	50-02-2	C ₂₂ H ₂₉ FO ₅	392.2
19	氟米松	Flumethasone	2135-17-3	C ₂₂ H ₂₈ F ₂ O ₅	410.2
20	倍氯米松	Beclomethasone	4419-39-0	C ₂₂ H ₂₉ ClO ₅	408.2
21	曲安奈德	Tramcinoloneacetoneide	76-25-5	C ₂₄ H ₃₁ FO ₆	434.2
22	氟氢缩松	Fludroxycortide	1524-88-5	C ₂₄ H ₃₃ FO ₆	436.2
23	曲安西龙双醋酸酯	Triamcinolone diacetate	67-78-7	C ₂₅ H ₃₁ FO ₈	478.2
24	泼尼松龙醋酸酯	Prednisolone-21-acetate	52-21-1	C ₂₃ H ₃₀ O ₆	402.2
25	氢化可的松醋酸酯	Hydrocortisone acetate	50-03-3	C ₂₃ H ₃₂ O ₆	404.2
26	氟米龙	Fluoromethalone	426-13-1	C ₂₂ H ₂₉ FO ₄	376.2
27	氟氢可的松醋酸酯	Fludrocortisone21-acetate	514-36-3	C ₂₃ H ₃₁ FO ₆	422.2
28	地夫可特	Deflazacort	14484-47-0	C ₂₅ H ₃₁ NO ₆	441.2
29	泼尼松醋酸酯	Prednisone 21-acetate	125-10-0	C ₂₃ H ₂₈ O ₆	400.2
30	可的松醋酸酯	Cortisone 21-acetate	50-04-4	C ₂₃ H ₃₀ O ₆	402.2
31	酮洛芬	Ketoprofen	22071-15-4	C ₁₆ H ₁₄ O ₃	254.1
32	甲基泼尼松龙醋酸酯	Methylprednisolone 21-acetate	53-36-1	C ₂₄ H ₃₂ O ₆	416.2
33	倍他米松醋酸酯	Betamethasone 21-acetate	987-24-6	C ₂₄ H ₃₁ FO ₆	434.2
34	布地奈德	Budesonide	51372-29-3	C ₂₅ H ₃₄ O ₆	430.2
35	氢化可的松丁酸酯	Hydrocortisone-17-butyrate	13609-67-1	C ₂₅ H ₃₆ O ₆	432.3
36	地塞米松醋酸酯	Dexamethasone 21-acetate	1177-87-3	C ₂₄ H ₃₁ FO ₆	434.2
37	地西洋	Diazepam	439-14-5	C ₁₆ H ₁₃ ClN ₂ O	284.1

38	氟米龙醋酸酯	Fluorometholone 17-acetate	3801--06-7	C ₂₄ H ₃₁ FO ₅	418.2
39	氢化可的松戊酸酯	Hydrocortisone 17-valerate	57524-89-7	C ₂₆ H ₃₈ O ₆	446.3
40	曲安奈德醋酸酯	Triamcinolone acetonide acetate	3870-07-3	C ₂₆ H ₃₃ FO ₇	476.2
41	氟轻松醋酸酯	Fluocinonide	356-12-7	C ₂₆ H ₃₂ F ₂ O ₇	494.2
42	二氟拉松双醋酸酯	Diflorasonediacetate	33564-31-7	C ₂₆ H ₃₂ F ₂ O ₇	494.2
43	倍他米松戊酸酯	Betamethasone 17-valerate	2152-44-5	C ₂₇ H ₃₇ FO ₆	476.3
44	哈西奈德	Halcinonide	3093-35-4	C ₂₄ H ₃₂ ClFO ₅	454.2
45	泼尼卡酯	Prednicarbate	73771-04-7	C ₂₇ H ₃₆ O ₈	488.2
46	保泰松	Phenylbutazone	50-33-9	C ₁₉ H ₂₀ N ₂ O ₂	308.2
47	安西奈德	Amcinonide	51022-69-6	C ₂₈ H ₃₅ FO ₇	502.2
48	阿氯米松双丙酸酯	Alclomethasonedipropionate	66734-13-2	C ₂₈ H ₃₇ ClO ₇	520.2
49	氯倍他索丙酸酯	Clobetasol 17-propionate	25122-46-7	C ₂₅ H ₃₂ ClFO ₅	466.2
50	氟替卡松丙酸酯	Fluticasone propionate	80474-14-2	C ₂₅ H ₃₁ F ₃ O ₅ S	500.2
51	倍他米松双丙酸酯	Betamethasone dipropionate	5593-20-4	C ₂₈ H ₃₇ FO ₇	504.3
52	甲芬那酸	Mefenamic acid	61-68-7	C ₁₅ H ₁₅ NO ₂	241.1
53	莫米他松糠酸酯	Mometasonefuroate	83919-23-7	C ₂₇ H ₃₀ Cl ₂ O ₅	520.1
54	倍氯米松双丙酸酯	Beclomethasonedipropionate	5534-09-8	C ₂₈ H ₃₇ ClO ₇	520.2
55	氯倍他松丁酸酯	Clobetasone 17-butyrate	25122-57-0	C ₂₆ H ₃₂ ClFO ₅	478.2
56	氯唑沙宗	Chlorzoxazone	95-25-0	C ₇ H ₄ ClNO ₂	169.0
57	阿司匹林	Acetylsalicylic acid	50-78-2	C ₉ H ₈ O ₄	180.0
58	布洛芬	Ibuprofen	15687-27-1	C ₁₃ H ₁₈ O ₂	206.1
59	安乃近	Analgin	68-89-3	Cl ₃ H ₁₆ N ₃ NaO ₄ S	333.3

附录 B

质谱参考条件

正模式

- a) 电离模式: ESI
- b) 检测方式: 动态多反应离子监测 (dMRM)
- c) 电离电压: 4.0 kv (正离子扫描);
- d) 干燥气流速: 7 L/min
- e) 干燥气温度: 325 °C
- f) 鞘气流速: 11 L/min
- g) 鞘气温度: 350 °C
- h) 雾化器流量: 40 psi

表 B.1 55 种化合物定性、定量离子和质谱分析参数参考值

序号	化合物名称	模式	RT/min	母离子	fragmentor	定性离子 (CE)	定量离子(CE)
1	对乙酰氨基酚	+	3.83	152	73	93.0(23)	110.0(15)
2	氨基比林	+	4.67	232	77	187.0(7)	113.0(11)
3	甲氧苄啶	+	7.09	291	92	123.0(27)	230.0(23)
4	安替比林	+	8.25	189.1	67	131.0(23)	104.0(23)
5	磺胺甲恶唑	+	11.09	253.9	72	108.0(10)	156.0(10)
6	非那西丁	+	11.92	180.1	93	138.1(15)	110.2(19)
7	氯苯那敏	+	11.99	275	72	167.0(47)	230.0(11)
8	曲安西龙	+	12.03	395.2	80	225.1(25)	357.1(13)
9	罗通定	+	12.11	356	125	165.0(23)	192.0(27)
10	泼尼松龙	+	14.37	361.2	67	146.9(25)	343.1(6)
11	泼尼松	+	14.45	359.2	119	147.0(35)	341.0(7)
12	氢化可的松	+	14.55	363.2	41	105.0(51)	121.0(27)
13	可的松	+	14.8	361.2	92	121.0(27)	163.0(23)
14	苯海拉明	+	14.86	256.0	62	152.0(39)	167.0(7)
15	甲基泼尼松龙	+	16.32	375.2	72	161.1(23)	357.1(7)
16	异丙安替比林	+	16.56	231.1	99	201.1(23)	189.2(19)
17	倍他米松	+	16.7	393.2	67	146.8(47)	355.0(8)
18	地塞米松	+	16.89	393.2	105	146.8(31)	355.0(7)
19	氟米松	+	17.06	411.2	67	121.1(39)	253.0(11)
20	倍氯米松	+	17.52	409.2	62	146.9(39)	391.1(7)
21	曲安奈德	+	17.83	435.2	68	338.9(11)	396.9(11)
22	氟氢缩松	+	18.41	437.2	135	120.8(47)	180.9(35)

23	曲安西龙双醋酸酯	+	18.57	479.2	62	440.9(7)	321.0(15)
24	泼尼松龙醋酸酯	+	18.63	403.2	76	146.8(27)	384.9(3)
25	氢化可的松醋酸酯	+	18.88	405.2	130	120.8(27)	309.1(15)
26	氟米龙	+	18.98	377.2	84	320.9(7)	278.9(11)
27	氟氢可的松醋酸酯	+	19.09	423.2	63	120.9(47)	238.9(27)
28	地夫可特	+	19.17	442.2	83	123.9(60)	141.9(39)
29	泼尼松醋酸酯	+	19.35	401.2	63	146.8(23)	295.0(11)
30	可的松醋酸酯	+	19.62	403.2	92	343.0(19)	162.8(31)
31	酮洛芬	+	19.96	255.1	94	209.0(3)	105.0(27)
32	甲基泼尼松龙醋酸酯	+	20.09	417.2	56	253.2(19)	399.2(7)
33	倍他米松醋酸酯	+	20.19	435.2	71	337.0(11)	309.0(7)
34	布地奈德	+	20.4	431.2	89	146.9(39)	413.0(7)
35	氢化可的松丁酸酯	+	20.54	433.3	119	345.0(11)	120.8(27)
36	地塞米松醋酸酯	+	20.58	435.2	67	337.0(7)	309.0(7)
37	地西洋	+	20.66	285.1	109	257.0(23)	154.0(27)
38	氟米龙醋酸酯	+	20.99	419.2	57	321.0(11)	279.0(11)
39	氢化可的松戊酸酯	+	21.72	447.3	63	120.8(35)	345.2(11)
40	曲安奈德醋酸酯	+	21.76	477.2	95	320.8(15)	338.9(11)
41	氟轻松醋酸酯	+	21.98	495.2	77	120.8(47)	337.0(15)
42	二氟拉松双醋酸酯	+	22	495.2	71	278.8(15)	316.8(11)
43	倍他米松戊酸酯	+	22.55	477.3	71	278.8(15)	354.9(7)
44	哈西奈德	+	23.08	455.2	61	121.0(59)	104.9(43)
45	泼尼卡酯	+	23.08	489.3	62	114.8(15)	380.9(7)
46	保泰松	+	23.24	309	135	190.1(15)	160.1(19)
47	安西奈德	+	23.32	503.2	114	321.0(15)	338.9(11)
48	阿氯米松双丙酸酯	+	23.32	521.2	63	279.0(7)	301.0(15)
49	氯倍他索丙酸酯	+	23.44	467.2	63	354.9(11)	372.9(7)
50	氟替卡松丙酸酯	+	23.61	501.2	68	312.9(11)	292.9(15)
51	倍他米松双丙酸酯	+	23.86	505.3	66	318.9(15)	278.9(15)
52	甲芬那酸	+	23.89	242.1	88	209(25)	224(3)
53	莫米他松糠酸酯	+	23.69	521.2	99	263(39)	503(7)
54	倍氯米松双丙酸酯	+	24.41	521.2	61	319(15)	503(7)
55	氯倍他松丁酸酯	+	24.78	479.2	130	278.9(19)	342.8(15)

负模式

a)电离模式: ESI

b)检测方式: 多反应离子监测 (MRM)

c)气帘气压力 (CUR): 10.0psi

d)碰撞气 (CAD): medium

e)离子化电压 (IS): -4500.0V

f)雾化温度(TEM): 400.0°C

g)雾化气 (GS1): 30.0psi

h)辅助气 (GS2): 30.0psi

i)入口电压 (EP): -10.0V

j)出口电压 (CXP): -15.0V

表 B.2 4 种化合物定性、定量离子和质谱分析参数参考值

序号	化合物	模式	RT/min	母离子	DP	驻留时间 /msec	定性离子 (CE)	定量离子 (CE)
1	阿司匹林	-	2.22	179.0	44	100	93.0(28)	137.0(8)
2	安乃近	-	4.7	310.0	54	100	175.0(31)	191.0(18)
3	氯唑沙宗	-	7.15	168.0	80	100	76.0(34)	132.0(28)
4	布洛芬	-	7.45	205.0	50	100	159.0(9)	161.0(15)

附录 C

典型色谱图

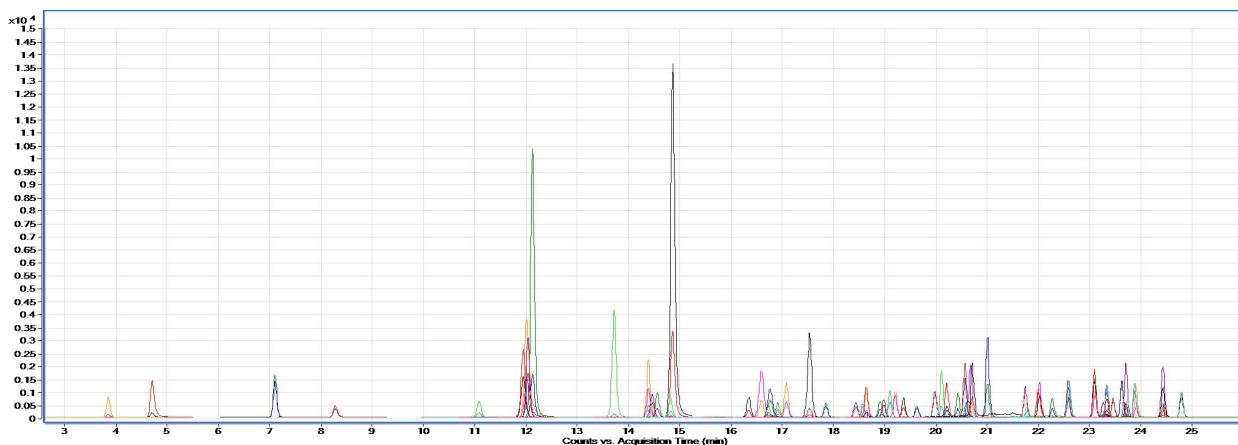


图 C.1 55 种解热镇痛化合物正模式下总离子流图

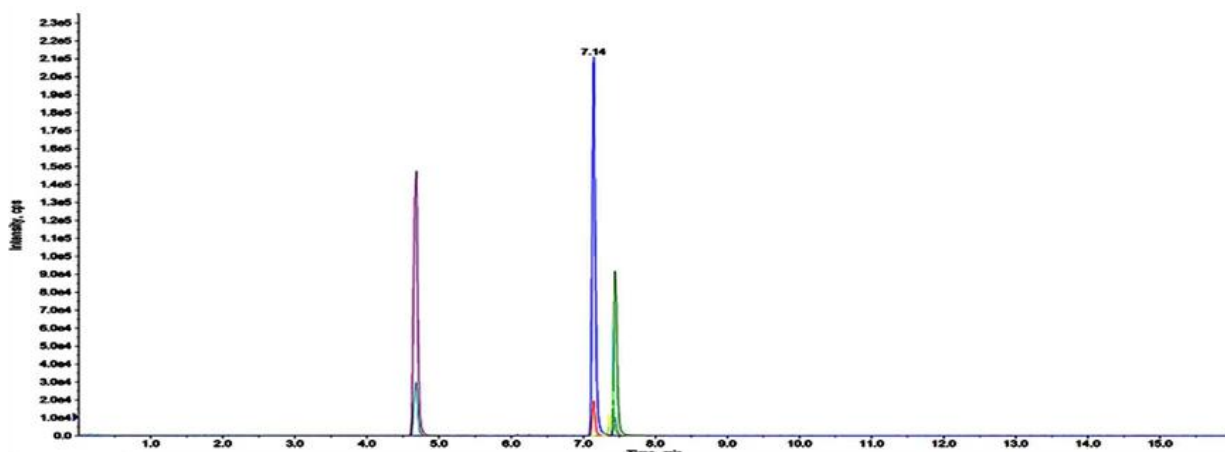


图 C.2 3 种解热镇痛化合物负模式下总离子流图

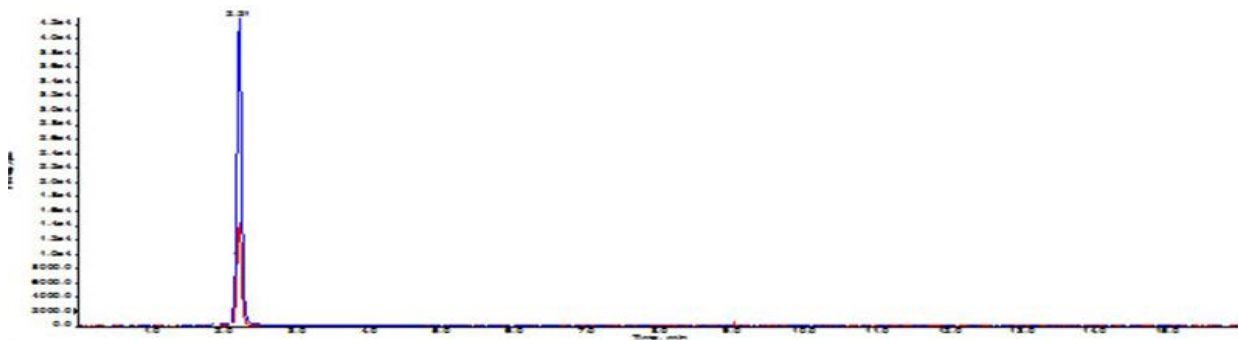


图 C.3 阿司匹林负模式下总离子流图

本方法负责起草单位：四川省食品药品检验检测院。

本方法的参与验证单位：上海市食品药品检验所、湖北省食品质量安全监督检验研究院、广东省药品检验所、浙江省食品药品检验研究院、深圳市药品检验研究院、深圳市出入境检验检疫技术中心。

主要起草人：余晓琴、黄瑛、黄泽玮、岳振峰、陈小泉、唐维英