**小儿止咳糖浆中化学药物添加筛查方法**

**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，流动相A为乙腈，流动相B为0.1%甲酸（含5mmol/L甲酸铵）溶液，按下表程序梯度洗脱；流速0.3ml/min；柱温35℃。

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 时间（min） | 流动相A（%） | 流动相B（%） |
| 0~2 | 10→50 | 90→50 |
| 2~20 | 50→90 | 50→10 |

**质谱条件** 电喷雾电离源（ESI），雾化气流量3L/min，加热气流量10 L/min，接口温度250℃，DL温度200℃，加热块温度300℃，干燥器流量10 L/min。正、负离子同时检测，扫描方式采用全扫描一级质谱、全扫描二级质谱（MS/MS），质量采集范围100-600。

**对照品溶液的制备** 分别取17种对照品适量，用50%甲醇制成每1ml含愈创木酚磺酸钾、布地奈德、双氯芬酸钠0.18ug，含枸橼酸喷妥维林、盐酸丙卡特罗、二羟丙茶碱、美洛昔康、盐酸麻黄碱0.10ug，含硫酸特布他林、盐酸甲氧那明、多索茶碱、吲哚美辛50ng以及含沙丁胺醇、盐酸班布特罗、异丙托溴铵、洛索洛芬钠、盐酸罂粟碱10ng的混合对照品溶液。

**供试品溶液的制备** 取供试品一日服用量，加50%甲醇50ml，超声处理30分钟，放冷，滤过，取续滤液，即得；或取液体制剂，水浴蒸干，残渣加50%甲醇50ml，超声处理30分钟，放冷，滤过，取续滤液，即得。

**测定法** 取对照品溶液与供试品溶液各1ul，注入液相色谱仪，进行液-质联用分析，记录液相色谱图及一级质谱与二级质谱。

各化合物离子对及能量信息表

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 编号 | 名称 | 模式 | 母离子 | 子离子 | CE |
| 1 | 枸橼酸喷妥维林 | 正 | 335.00 | 100.10 | -20 |
| 335.00 | 101.10 | -27 |
| 335.00 | 91.00 | -53 |
| 2 | 盐酸班布特罗 | 正 | 368.00 | 294.15 | -20 |
| 368.00 | 72.05 | -35 |
| 368.00 | 312.15 | -15 |
| 3 | 异丙托溴铵 | 正 | 332.00 | 166.15 | -26 |
| 332.00 | 124.00 | -31 |
| 4 | 多索茶碱 | 正 | 267.00 | 181.05 | -20 |
| 267.00 | 124.05 | -30 |
| 267.00 | 87.00 | -20 |
| 5 | 吲哚美辛 | 正 | 358.00 | 139.00 | -19 |
| 358.00 | 111.00 | -49 |
| 358.00 | 174.05 | -15 |
| 6 | 洛索洛芬钠 | 正 | 264.00 | 201.10 | -15 |
| 264.00 | 117.05 | -33 |
| 264.00 | 115.05 | -50 |
| 7 | 美洛昔康 | 正 | 353.00 | 115.05 | -21 |
| 353.00 | 116.05 | -20 |
| 353.00 | 141.00 | -22 |
| 8 | 盐酸罂粟碱 | 正 | 340.00 | 324.10 | -30 |
| 340.00 | 202.05 | -25 |
| 340.00 | 171.05 | -40 |
| 9 | 盐酸麻黄碱 | 正 | 166.00 | 148.10 | -14 |
| 166.00 | 115.05 | -27 |
| 166.00 | 117.10 | -20 |
| 10 | 双氯芬酸钠 | 正 | 294.00 | 72.05 | -23 |
| 294.00 | 249.05 | -16 |
| 11 | 愈创木酚磺酸钾 | 负 | 203.00 | 188.05 | 16 |
| 203.00 | 124.00 | 25 |
| 203.00 | 123.00 | 32 |
| 12 | 盐酸甲氧那明 | 正 | 180.00 | 121.10 | -20 |
| 180.00 | 91.05 | -31 |
| 180.00 | 149.10 | -13 |
| 13 | 硫酸特布他林 | 正 | 226.00 | 107.05 | -31 |
| 226.00 | 152.05 | -16 |
| 226.00 | 125.05 | -24 |
| 14 | 布地奈德 | 正 | 431.00 | 413.20 | -13 |
| 431.00 | 147.10 | -28 |
| 431.00 | 323.10 | -15 |
| 15 | 沙丁胺醇 | 正 | 240.00 | 148.05 | -19 |
| 240.00 | 222.10 | -10 |
| 240.00 | 166.10 | -14 |
| 16 | 二羟丙茶碱 | 正 | 255.00 | 181.05 | -20 |
| 255.00 | 124.00 | -29 |
| 17 | 盐酸丙卡特罗 | 正 | 291.00 | 273.15 | -14 |
| 291.00 | 231.10 | -21 |
| 291.00 | 162.05 | -26 |