**风湿定胶囊对乙酰氨基酚检查项的检验方法**

**【检查】** 对乙酰氨基酚 照质谱法(中国药典2015年版四部通则0431)试验。

**系统适应性试验**

**色谱条件** 色谱柱：Acquity UPLC HSS T3（柱长100mm，内径为2.1mm，粒径为1.8µm）；以乙腈为流动相A，2mmol/L乙酸铵溶液为流动相B，按下表1进行梯度洗脱；柱温为40℃，流速为0.4ml/min。

表 1 流动相比例

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 时间(分钟) | 流动相A（%） | 流动相B/% |
| 0～0.5 | 2 | 98 |
| 0.5～5.0 | 2→70 | 98→30 |
| 5.0～6.0 | 70 | 30 |
| 6.0～7.0 | 70→98 | 30→2 |
| 7.0～11.0 | 98 | 2 |
| 11.0～13.0 | 2 | 98 |

|  |
| --- |
|  |

**质谱条件** 以三重四极杆串联质谱仪检测；离子源为电喷雾（ESI）离子源，选择正离子扫描模式。监测模式为多反应监测（MRM），毛细管电压（Capilary）：2.50kV，锥孔电压（Cone）：30V，脱溶剂温度：550℃，脱溶剂气流流速：800L/Hr，离子源温度：150℃，雾化器压力：7.0Bar，对乙酰氨基酚离子对详细信息见表2。

表2 对乙酰氨基酚离子对详细信息

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 名称 | 分子式 | 分子量 | 选择模式 | 母离子m/z | 子离子m/z | 锥孔电压/V | 碰撞能量/ｅV |
| 对乙酰氨基酚 | C8H9NO2 | 151.16 | M+H | 152.13 | 110.07∗ | 30 | 16 |
| 对乙酰氨基酚 | C8H9NO2 | 151.16 | M+H | 152.13 | 65.08 | 30 | 26 |

注：∗表示定量离子

**3.对照品溶液的制备** 取对乙酰氨基酚对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含0.1μg的溶液，即得。

**4.供试品溶液的制备** 取本品约1g，研匀，精密称定，置具塞锥瓶中，精密加入甲醇100ml，称定重量，超声（功率250w,频率35kHz）处理30分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，过0.22μm滤膜，即得。

**5.测定法** 分别精密吸取供试品溶液和对照品溶液适量，注入液相色谱仪，记录色谱图。

**6.结果判断** 供试品色谱中，应不得检出对乙酰氨基酚。