

动物源性样品中合成类固醇类激素的检测（SPE-LC/MS）

使用 500mg 3mL HyperSep C18 固相萃取柱 (部件号：60708-304)

样品制备

样品 5g，加入 10% 碳酸钠溶液 3mL 和 10mL 乙酸乙酯，均质 30s，振荡 10min（4℃），6000r/min 离心 10min，将上层有机相转移至梨形瓶中。再用 10mL 乙酸乙酯重复提取一次，合并上层有机相。在 40℃下，旋转蒸发至干，用 30% 甲醇溶解并稀释至 5mL。

活化

3mL 甲醇，3mL 水

上样

样品

清洗

2mL 30% 甲醇的水溶液

洗脱

5mL 甲醇溶液

LC/MS 方法

色谱柱

Hypersil Gold，5μm，2.1 × 150mm

货号

25005-152130

流动相

0.1% 甲酸（A）：甲醇（B）

梯度洗脱程序

表 1. 流动相梯度洗脱条件

Time(min)	A(%)	B(%)
0	90	10
5	10	90
12	10	90
12.1	90	10
14	90	10

进样量

10μL

流速

250μL/min

MS 条件

电喷雾电离源（ESI），正离子模式

选择反应监控（SRM）扫描模式

喷雾电压

4500V

离子传输管温度

350

结果

1. 典型 LC/MS/MS 色谱图

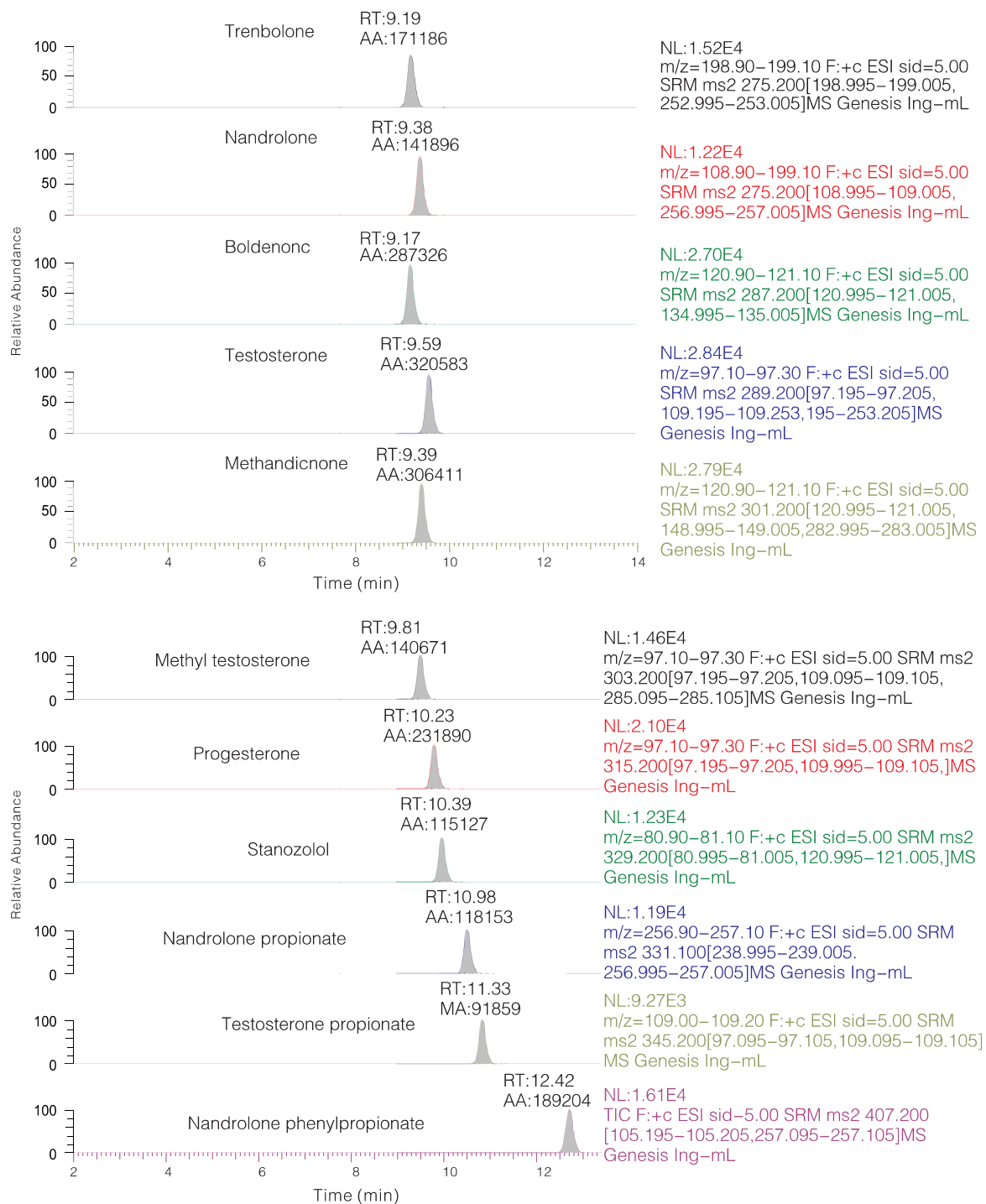


图 2.11 种合成类固醇类激素 LC/MS/MS 色谱图 (1.0ng/mL)

2. 定量限 (LOQ) : 本方法在猪、牛、羊、鸡肌肉组织、鸡蛋中, 睾酮、甲基睾酮、黄体酮、群勃龙、勃地龙、诺龙、美雄酮、司坦唑醇、丙酸诺龙、丙酸睾酮及苯丙酸诺龙的检测限均可达到 0.1 μ g/kg。

本方法在各肌肉组织、鸡蛋、牛奶中的睾酮、甲基睾酮、黄体酮、群勃龙、勃地龙、诺龙、美雄酮、司坦唑醇、丙酸诺龙、丙酸睾酮及苯丙酸诺龙的定量限为 0.5 μ g/kg。

3. 本方法合成类固醇类激素在猪、牛、羊肌肉, 鸡肉, 鸡蛋, 牛奶等动物源性样品中的提取回收率均可达 50-105%。