

动物源性样品中糖皮质激素的检测 (SPE-LC/MS)

使用 500mg 3mL HyperSep Silica 固相萃取柱 (部件号: 60108-315)

样品制备

称取 (2 ± 0.05) g 组织样品于 50mL 离心管内, 加乙酸乙酯 15mL, 涡旋混匀提取 3min, 离心 10min (4000rpm), 移取乙酸乙酯层至 50mL 梨形瓶中。残渣中加 0.1mol/L NaOH 溶液 10mL, 混匀, 加乙酸乙酯 15mL 提取后移取乙酸乙酯层。合并两次提取液, 40 °C 下减压浓缩近干, 加入乙酸乙酯 1.0mL 和正己烷 5mL, 使之充分溶解, 待净化。

活化

5mL 正己烷

上样

样品

清洗

5mL 正己烷

洗脱

5mL 正己烷-丙酮 (6:4, v/v)

LC/MS 方法

色谱柱

Hypersil Gold, 5µm, 2.1 × 150mm

货号

25005-152130

流动相

0.01% 甲酸 (A) : 乙腈 (B)

梯度洗脱程序

表 1. 流动相梯度洗脱条件

Time(min)	A(%)	B(%)
0	70	30
18	40	60
23	40	60
23.1	70	30
28	70	30

进样量

10µL

流速

250µL/min

MS 条件

电喷雾电离源 (ESI), 负离子模式

选择反应监控 (SRM) 扫描模式

喷雾电压

3500V

离子传输管温度

350

结果

1. 典型 LC/MS/MS 色谱图

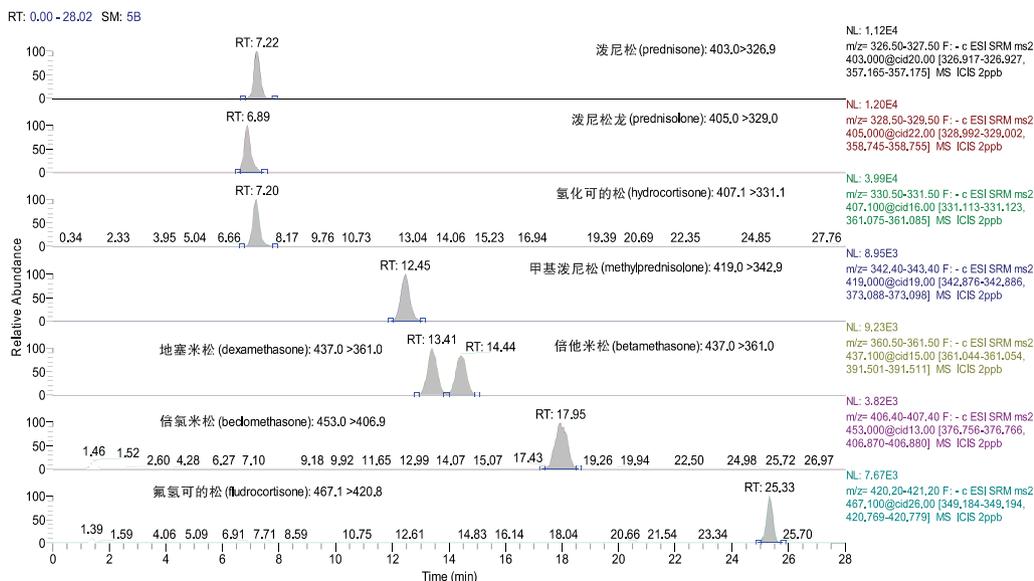


图 2 糖皮质激素类药物 LC/MS 色谱图

2. 定量限 (LOQ) : 泼尼松、泼尼松龙、地塞米松、倍他米松、甲基泼尼松在牛奶中的定量限为 0.1µg/L, 在肌肉, 鸡蛋及肝脏组织中的定量限为 0.2 µg/kg; 氟氢可的松、倍氯米松在牛奶中的定量限为 0.2µg/L, 鸡蛋及肝脏组织中的定量限为 0.2µg/kg; 氢化可的松在牛奶中的定量限为 0.2µg/L, 鸡蛋及肝脏组织中的定量限为 0.5µg/kg。

3. 本方法糖皮质激素类药物在猪、牛、羊的肝脏和肌肉, 鸡肉, 鸡蛋, 牛奶中的提取回收率均可达 60-110%。