

# 猪肉、猪肝中地塞米松、倍他米松和阿托品的测定 (Copure® HLB Lim)

Copure® HLB Lim 柱, 是采用特殊吸附剂装填而成的一款新型固相萃取柱。与传统 SPE 柱相比, 它能更加快速有效地去除样品中脂肪、磷脂、色素等多种干扰物, 减少基质效应; 同时其极大地简化了前处理流程, 省去活化、平衡步骤, 样品经提取后直接过柱, 节省大量时间及试剂, 使前处理变得更加的简便高效。

本方案采用 Copure® HLB Lim, 对地塞米松、倍他米松和阿托品三种药物进行了加标验证, 高中低三水平下, 猪肉和猪肝样品的回收率在 85%~110%, RSD < 10%, 满足日常实验需求。

## 一、样品提取

准确称取粉碎均匀的样品 2 g 于干净离心管中, 加入 10 mL 0.2% 甲酸乙腈:水=80:20 (V:V) 溶液, 涡旋混匀后超声提取 15 min, 8000 r/min 离心 5 min, 待净化。

## 二、样品净化 (Copure® HLB Lim, 200mg/3mL)

取 1.5 mL 上述上清液过柱, 收集流出液, 取其中 1 mL 氮吹近干后用 0.1% 甲酸水定容至 1 mL, 过尼龙滤膜, 上机。

## 三、基质标准曲线溶液的制备

选同类型空白肉类样品, 按上述前处理方法进行操作, 收集过柱流出液, 取其中 1 mL 于干净离心管中, 加入适量的标液后与样品一同氮吹复溶, 配制成上机浓度分别为 2 µg/L、10 µg/L、20 µg/L、50 µg/L、100 µg/L、200 µg/L 的标准曲线。

## 五、实验结果

表 3 36 种兽残加标回收实验结果

目标物	猪肉						猪肝					
	10.0 µg/kg		50.0 µg/kg		100.0 µg/kg		10.0 µg/kg		50.0 µg/kg		100.0 µg/kg	
	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3
阿托品	108	4.29	98.2	2.26	92.2	1.33	94.0	4.55	85.6	2.61	85.5	2.13
倍他米松	104	6.68	96.4	3.76	91.3	2.42	87.0	5.27	86.1	2.04	90.0	1.82
地塞米松	105	7.20	96.5	3.45	91.4	2.08	94.3	6.26	87.2	3.18	89.7	2.35

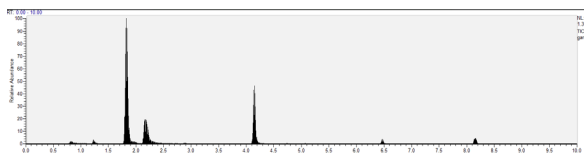


图 2 添加水平为 50 µg/kg 时猪肝样品中地塞米松、倍他米松和阿托品总离子流图

## 四、仪器条件

### 色谱条件

仪器: UPLC-MS/MS (Thermo Fisher TSQ Endura)

色谱柱: Commasil® 兽残专用柱 (2.1 mm×100 mm, 3 µm)

流动相: A: 水 (0.1% 甲酸)

B: 甲醇: 乙腈 =2:8 (0.1% 甲酸)

洗脱方式: 梯度洗脱, 见表 1

流速: 0.3 mL/min

柱温: 35°C

进样量: 10 µL

表 1 梯度洗脱程序

时间 /min	A/%	B/%
0	98	2
3.0	85	15
6.0	65	35
8.5	5	95
9.0	98	2
10.0	98	2

### 质谱条件

离子源: HESI

电喷雾电压: 3500 V

鞘气压力: 40 arb

辅气压力: 10 arb

离子传输管: 380 °C

辅气温度: 350 °C

表 2 组分名称、保留时间及特征离子一览表 (\* 为定量离子)

序号	名称	保留时间 /min	母离子	子离子
1	阿托品	4.15	290.2	93.1、124.1*
2	倍他米松	8.18	393.1	355.1*、373.1
3	地塞米松	8.15	393.2	355.1、373.1*

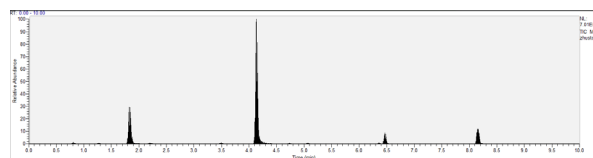


图 1 添加水平为 50 µg/kg 时猪肉样品中地塞米松、倍他米松和阿托品总离子流图

## 订购信息

货号	描述	包装
COHLB3200-Lim	Copure®HLB Lim 固相萃取柱, 200mg/3mL	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF250-22-NL	尼龙针式过滤器, 直径 25 mm, 孔径 0.22 µm, 有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 白色 PTFE/红色硅胶垫, 9-425	100 个 / 盒
BN24	智能水浴氮吹仪	1 台 / 箱
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶, 带书写处 11.6*32 mm, 9-425	100 个 / 盒