ICS 67.120
CCS X 04

# T/BPMA

## 北 京 预 防 医 学 会 团 体 标 准

T/BPMA XXXX—XXXX

# 畜禽肉中食源性兴奋剂和孕激素的测定 液相色谱-串联质谱法

Determination of food- borne stimulant drugs and progestins in meat using ultra-perform liquid chromatography tandem mass spectrometry

(征求意见稿)

XXXX 年 XX 月 XX 日发布　　XXXX 年 XX 月 XX 日实施

北京预防医学会 发布

# 前言

本文件按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》给出的规则起草。

本文件由北京市科学技术研究院分析测试研究所（北京市理化分析测试中心）提出并归口。

本文件起草单位：北京市科学技术研究院分析测试研究所（北京市理化分析测试中心），北京市疾病预防控制中心，北京市延庆区疾病预防控制中心。

本文件主要起草人：冯月超，刘艳，王建凤，郭巧珍，姚凯，张晶、林强、李晶晶、苏东霞。

# 畜禽肉中食源性兴奋剂多残留检测 液相色谱-串联质谱法

## 1 范围

本文件规定了畜禽肉中 40 种食源性兴奋剂和 5 种孕激素含量测定的液质联用检测方法。

本文件适用于鸡肉等畜禽肉中 40 种食源性兴奋剂和 5 种孕激素含量的测定。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过本文的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中凡是注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义

## 4 方法原理

样品中的被测物经0.5%乙酸乙腈溶液震荡提取，加入氯化钠和无水硫酸镁脱水离心。上清液采用PSA 、$C_{18}$、中性氧化铝和无水硫酸镁净化。采用高效液相色谱串联质谱测定，内标法定量。

## 5 试剂和材料

除另有说明外，所用试剂均为优级纯，水为GB/T 6682 规定的一级水

### 5.1 试剂

5.1.1 甲醇（$CH_3OH$）：色谱纯。

5.1.2 乙腈（$CH_3CN$）：色谱纯。

5.1.3 无水硫酸镁（$MgSO_4$）：分析纯。

5.1.4 无水氯化钠（NaCl）：分析纯。

5.1.5 冰乙酸（$CH_3COOH$）：优级纯。

5.1.6 甲酸（HCOOH）：优级纯。

5.1.7 乙酸铵（$CH_3COONH_4$）：优级纯。

5.1.8 中性氧化铝（$Al(OH)_3$）：100～200 目，层析用。

5.1.9 N-丙基乙二胺键合固相吸附材料（PSA）：40 μm～60 μm。

5.1.10 十八烷基键合硅胶吸附材料（$C_{18}$）：40 μm～60 μm。

5.2 溶液配制

5.2.1 0.5%乙酸乙腈溶液：取 5mL 冰乙酸加入乙腈，并用乙腈定容于 1000 mL，混匀即可

5.2.2 0.1%甲酸-5 mmol/L 乙酸铵水溶液：称取 0.385 g 乙酸铵用水溶解，加入 1.0 mL 甲酸，用水定容至 1000 mL。

5.2.3 复溶液：取 0.1%甲酸-5 mmol/L 乙酸铵水溶液（5.2.2）90 mL，加入 10 mL 甲醇混匀。

5.3 标准品

45 种被测化合物（纯度≥98%）和 9 种内标物的的中英文名称和 CAS 号信息见附录 A。

5.4 标准溶液的制备

5.4.1 标准储备液：准确称取附录 A 中的标准品适量（相当于各活性成分 10 mg），精密称定，分别用甲醇适量使溶解并定容于 10 mL，配置成浓度为 1.0 mg/mL 的标准储备液。在−18℃以下避光储存。

5.4.2 混合标准储备液：按照附录 B 依据化合物的类别将被测物分成 7 组，用甲醇配置成 7 个混合标准储备液。所有标准溶液均在−18℃以下避光储存。

5.4.3 内标混合标准中间液：取组 7 内标混合标准储备液适量，用甲醇配置成 100 ng/mL～400 ng/mL 的内标混合中间液，见附录 B。

5.4.4 外标混合标准中间液：临用前分别取上述 1-6 组混合储备液 1mL，用甲醇定容于 10mL 容量瓶，配置成外标混合中间液，浓度范围时 100 ng/mL～400 ng/mL，见附录 B。

5.4.5 系列标准工作液：移取一定量外标混合中间液用基质空白提取液逐级稀释，并向其中添加等量的内标混合中间液。

5.5 材料

5.5.1 净化管：分别称取吸附材料 PSA （5.1.9）、$C_{18}$ （5.1.10）、中性氧化铝（5.1.8）各 165 mg，无水硫酸镁（5.1.3）900 mg 于 10mL 螺盖离心管中。

5.5.2 微孔滤膜：有机系，0.22 μm。

## 6 仪器和设备

6.1 超高效液相色谱-四级杆串联质谱仪：配电喷雾离子源（ESI）；

6.2 离心机；

6.3 氮气吹干仪；

6.4 超声波清洗器；

6.5 振荡器；

6.6 分析天平：感量 0.01 g 和 0.00001 g。

## 7 试样制备和保存

### 7.1 试样制备

肉类样品各约 500 g，放入组织捣碎机均质，充分混匀，均分成 2 份，分别装入清洁容器内，并标明标记。

### 7.2 试样保存

试样于-20℃以下条件下保存。

## 8 测定步骤

### 8.1 样品的处理

#### 8.1.1 提取

准确称取粉碎均质后的猪肉样品 5.0 g（精确至 0.01g）于 50 mL 螺盖离心管中，加入 40 μL 混合内标中间液（5.4.3），加入 5 mL 水，涡旋 10 s 后，准确加入 20 mL 含 0.5%乙酸乙腈溶液（5.2.1），振荡提取 15 min，加入 1.0 g 氯化钠和 4.0 g 无水硫酸镁，快速混匀，继续振荡 10 min，8000 r/min 离心 5 min。

#### 8.1.2 净化

移取上清液 10 mL 于装入净化剂的净化管中（5.5.1），振荡 10 min，8000 转/min 离心 5 min。准确移取上清液 5 mL，置于氮气吹干仪上 45℃吹干，加入 1.0 mL 复溶液（5.2.3），涡旋复溶，用 0.22 μm 微孔滤膜过滤，待上机测定。

#### 8.1.3 基质空白提取液的制备

称取不含被测物的阴性肉样品 5.0 g（精确至 0.01 g），不加内标，按照 8.1.1 和 8.1.2 的方法进行前处理，得到空白基质提取液，用于配制标准工作曲线。

### 8.2 空白试验

不称取试样，按 7.1.2 和 7.1.3 的步骤做空白实验。

### 8.3 仪器分析条件

#### 8.3.1 液相色谱条件

a) 色谱柱：Waters Acquity BEH $C_{18}$ 反相液相色谱柱（2.1 mm×10 mm, 1.7 μm）或同等柱；

b) 柱温：30℃；

c) 进样量：5 μL；

d) 流动相：A 为 0.1%甲酸-5 mmol/L 乙酸铵水溶液（5.2.2），B 为甲醇（5.1.1）。梯度洗脱条件见表 1。

**表 1 HPLC 梯度洗脱条件**

| 时间（min） | 流速（mL/min） | A（%） | B（%） |
|---|---|---|---|
| 0 | 0.3 | 95 | 5 |
| 0.5 | 0.3 | 95 | 5 |
| 1.0 | 0.3 | 90 | 10 |
| 6.0 | 0.3 | 30 | 70 |
| 8.0 | 0.3 | 20 | 80 |
| 9.0 | 0.3 | 0 | 100 |
| 10.0 | 0.3 | 0 | 100 |
| 10.1 | 0.3 | 95 | 5 |
| 12.0 | 0.3 | 95 | 5 |

8.3.2 质谱条件

a) 电离源：电喷雾正离子模式（ESI+）；

b) 检测方式：多重反应监测（MRM）；

c) 毛细管电压：0.5 kV；

d) 锥孔电压：30 V；

e) 脱溶剂气流速度：650 L/h；

f) 脱溶剂气温度：450 ℃；

g) 锥孔气流速：150 L/h。

h) 45 种目标化合物及 9 种内标物色谱峰的保留时间及质谱参数见附录 C，标准溶液特征离子质量色谱图见附录 D。

**8.4 定性判定**

用液相色谱-串联质谱法对试样进行定性判定，在相同试验条件下，样液谱图中应呈现定量离子对和定性离子对的色谱峰，被测物质的质量色谱峰保留时间与标准溶液中对应物质的色谱峰保留时间偏差在±2.5%之内；试样色谱图中所选择的监测离子对的相对丰度与相当浓度标准溶液的离子相对丰度比的偏差不超过表 2 规定范围，则可以判断试样中存在对应的目标物质。

表 2 定性确证时相对离子丰度的最大允许偏差

| 相对离子丰度/% | >50 | 20~50（含） | 10~20（含） | ≤10 |
|---|---|---|---|---|
| 允许的相对偏差/% | ±20 | ±25 | ±30 | ±50 |

### 8.5 定量测定

在高效液相色谱-串联质谱联用分析条件下，将 5 μL 系列标准工作溶液（5.4.5）按浓度从低到高的顺序依次注入高效液相色谱-串联质谱联用仪，记录峰面积、保留时间等信息。

以基质标准工作溶液中目标物峰面积与对应内标峰面积比为纵坐标，目标物浓度为横坐标绘制标准工作曲线，用标准工作曲线对样品溶液进行定量，计算试样目标物的上机浓度。标准工作溶液和样液中待测物的响应值均应在仪器线性响应范围内，如果样液含量超过标准曲线范围，则应重新取样测定。

## 9 结果计算和表述

试样中各被测物含量按照式（1）计算：

$$X=\frac{c\times V\times 4}{m} \quad \cdots\cdots（1）$$

式中:

$X$ —— 样品中待测组分的含量，单位为微克每千克（μg/kg）；

$c$ —— 从标准曲线计算得到的目标化合物的浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；

$V$ —— 浓缩至干后试样的定容体积，单位为毫升（mL）；

$m$ —— 样品的称样量，单位为克（g）；

4 —— 前处理过程引入的稀释因子。

注：计算结果需扣除空白值，测定结果用平行测定的算术平均值表示，保留一位小数。

## 10 方法准确度、精密度和灵敏度

### 10.1 准确度

本方法的回收率范围是 60%～120%。

### 10.2 精密度

本方法的批内相对标准偏差≤20%,批间相对标准偏差 ≤20%。

### 10.3 灵敏度

当称样量为 5.0 g 时，本方法的定量限见附录 D。

# 附 录 A

（资料性）

## 目标化合物及内标物中英文名称和 CAS 号

表 A.1 为目标化合物及内标物中英文名称和 CAS 号。

**表 A.1 目标化合物及内标物中英文名称和 CAS 号**

| 序号 | 中文通用名称 | 英文通用名称 | CAS 号 | 分子式 |
|---|---|---|---|---|
| 1 | 克伦特罗 | clenbuterol | 37148-27-9 | $C_{12}H_{18}Cl_2N_2O$ |
| 2 | 妥布特罗 | tulobuterol | 41570-61-0 | $C_{12}H_{18}ClNO$ |
| 3 | 班布特罗 | bambuterol | 81732-65-2 | $C_{18}H_{29}N_3O_5$ |
| 4 | 克伦丙罗 | clenproperol | 38339-11-6 | $C_{11}H_{16}Cl_2N_2O$ |
| 5 | 喷布特罗 | penbuterol | 36507-48-9 | $C_{18}H_{29}NO_2$ |
| 6 | 克伦塞罗 | clencyclohexerol | 157877-79-7 | $C_{14}H_{20}Cl_2N_2O$ |
| 7 | 马布特罗 | mabuterol | 56341-08-3 | $C_{13}H_{18}ClF_3N_2O$ |
| 8 | 溴布特罗 | brombuterol | 41937-02-4 | $C_{12}H_{18}Br_2N_2O$ |
| 9 | 西马特罗 | cimaterol | 54239-37-1 | $C_{12}H_{17}N_3O$ |
| 10 | 氯丙那林 | clorprenaline | 3811-25-4 | $C_{11}H_{16}ClNO$ |
| 11 | 奥西那林 | metaproterenol | 586-06-1 | $C_{11}H_{17}NO_3$ |
| 12 | 沙丁胺醇 | salbutamol | 18559-94-9 | $C_{13}H_{21}NO_3$ |
| 13 | 齐帕特罗 | zilpaterol | 117827-79-9 | $C_{14}H_{19}N_3O_2$ |
| 14 | 莱克多巴胺 | ractopamine | 97825-25-7 | $C_{18}H_{23}NO_3$ |
| 15 | 沙美特罗 | salmeterol | 89365-50-4 | $C_{25}H_{37}NO_4$ |
| 16 | 阿替洛尔 | atenolol | 29122-68-7 | $C_{14}H_{22}N_2O_3$ |
| 17 | 普萘洛尔 | propranolol | 525-66-6 | $C_{16}H_{21}NO_2$ |
| 18 | 美托洛尔 | metoprolol | 37350-58-6 | $C_{15}H_{25}NO_3$ |
| 19 | 氨苯喋啶 | triamterene | 396-01-0 | $C_{12}H_{11}N_7$ |
| 20 | 螺内酯 | spironolactone | 52-01-7 | $C_{24}H_{32}O_4S$ |
| 21 | 坎利酮 | canrenone | 976-71-6 | $C_{22}H_{28}O_3$ |
| 22 | 睾酮 | testosterone | 58-22-0 | $C_{19}H_{28}O_2$ |
| 23 | 诺龙 | nortestosterone | 434-22-0 | $C_{18}H_{26}O_2$ |
| 24 | 去氢甲睾酮 | methandienone | 72-63-9 | $C_{20}H_{28}O_2$ |
| 25 | 勃地酮 | boldenone | 846-48-0 | $C_{19}H_{26}O_2$ |
| 26 | 群勃龙 | trenbolone | 10161-33-8 | $C_{18}H_{22}O_2$ |
| 27 | 雄烯二酮 | 4-androstene-3 | 63-05-8 | $C_{19}H_{26}O_2$ |
| 28 | 脱氢表雄酮 | prasterone | 53-43-0 | $C_{19}H_{28}O_2$ |
| 29 | 甲基睾酮 | methyltestosterone | 58-18-4 | $C_{20}H_{30}O_2$ |

表 A.1 目标化合物及内标物中英文名称和 CAS 号（续）

| 序号 | 中文通用名称 | 英文通用名称 | CAS 号 | 分子式 |
|---|---|---|---|---|
| 30 | 美睾酮 | mesterolone | 1424-00-6 | $C_{20}H_{32}O_2$ |
| 31 | 美雄诺龙 | mestanolone | 521-11-9 | $C_{20}H_{32}O_2$ |
| 32 | 司坦唑醇 | stanozolol | 10418-03-8 | $C_{21}H_{32}N_2O$ |
| 33 | 地塞米松 | dexamethasone | 50-02-2 | $C_{22}H_{29}FO_5$ |
| 34 | 氢化可的松 | hydrocortisone | 50-23-7 | $C_{21}H_{30}O_5$ |
| 35 | 波尼松龙 | prednisolone | 50-24-8 | $C_{21}H_{28}O_5$ |
| 36 | 可的松 | cortisone | 53-06-5 | $C_{21}H_{28}O_5$ |
| 37 | 波尼松 | prednisone | 53-03-2 | $C_{21}H_{26}O_5$ |
| 38 | 醋酸氟轻松 | fluocinolone acetonide | 67-73-2 | $C_{24}H_{30}F_2O_6$ |
| 39 | 氟氢可的松 | fludrocortisone | 127-31-1 | $C_{21}H_{29}FO_5$ |
| 40 | 倍氯米松 | beclomethasone | 4419-39-0 | $C_{22}H_{29}ClO_5$ |
| 41 | 孕酮 | progesterone | 57-83-0 | $C_{21}H_{30}O_2$ |
| 42 | 醋酸美伦孕酮 | melengestrol acetate | 2919-66-6 | $C_{25}H_{32}O_4$ |
| 43 | 醋酸甲羟孕酮 | medroxyprogesterone acetate | 71-58-9 | $C_{24}H_{34}O_4$ |
| 44 | 17α-羟孕酮 | 17α-Hydroxyprogesterone | 68-96-2 | $C_{21}H_{30}O_3$ |
| 45 | 甲地孕酮 | megestrol | 3562-63-8 | $C_{22}H_{30}O_3$ |
| I-1 | 克伦特罗-$D_9$ | clenbuterol-$D_9$ | 129138-58-5 | $C_{12}H_9D_9Cl_2N_2O$ |
| I-2 | 莱克多巴胺-$D_5$ | ractopamine-$D_5$ | 90274-24-1 | $C_{18}H_{18}D_5NO_3$ |
| I-3 | 沙丁胺醇-$D_3$ | salbutamol-$D_3$ | 1219798-60-3 | $C_{13}H_{19}D_3NO_3$ |
| I-4 | 甲基睾酮-$D_3$ | methyltestosterone-$D_3$ | 96425-03-5 | $C_{20}H_{27}D_3O_2$ |
| I-5 | 睾酮- $D_3$ | testosterone- $D_3$ | 77546-39-5 | $C_{19}H_{25}D_3O_2$ |
| I-6 | 勃地酮-$D_3$ | boldenone-$D_3$ | 361432-76-0 | $C_{19}H_{23}D_3O_2$ |
| I-7 | 孕酮- $D_9$ | progesterone- $D_9$ | 15775-74-3 | $C_{21}H_{21}D_9O_2$ |
| I-8 | 氢化可的松-$D_3$ | hydrocortisone-$D_3$ | 115699-92-8 | $C_{21}H_{27}D_3O_5$ |
| I-9 | 地塞米松-$D_5$ | dexamethasone-$D_5$ | 358731-91-6 | $C_{22}H_{24}D_5FO_5$ |

# 附 录 B

（资料性）

## 混合标准储备液和混合中间液分组、配制浓度

本方法目标化合物和内标物混合标准储备液、混合中间液分组、配制浓度见表 B.1。

**表 B.1 混合标准储备液和混合中间液分组、配制浓度**

| 序号 | 被测化合物 | 储备液浓度（μg/mL） | 中间液浓度（ng/mL） | 组别 | 对应的内标物 |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 克伦特罗 | 1 | 100 | 组 1 | 克伦特罗-$D_9$ |
| 2 | 妥布特罗 | 1 | 100 | 组 1 | |
| 3 | 班布特罗 | 1 | 100 | 组 1 | |
| 4 | 克伦丙罗 | 2 | 200 | 组 1 | |
| 5 | 喷布特罗 | 1 | 100 | 组 1 | |
| 6 | 克伦塞罗 | 1 | 100 | 组 1 | |
| 7 | 马布特罗 | 2 | 200 | 组 1 | |
| 8 | 溴布特罗 | 1 | 100 | 组 1 | |
| 9 | 西马特罗 | 2 | 200 | 组 1 | |
| 10 | 氯丙那林 | 1 | 100 | 组 1 | |
| 11 | 奥西那林 | 1 | 100 | 组 1 | |
| 12 | 沙丁胺醇 | 1 | 100 | 组 1 | 沙丁胺醇-$D_3$ |
| 13 | 齐帕特罗 | 1 | 100 | 组 1 | |
| 14 | 莱克多巴胺 | 1 | 100 | 组 1 | 莱克多巴胺-$D_5$ |
| 15 | 沙美特罗 | 1 | 100 | 组 1 | |
| 16 | 阿替洛尔 | 1 | 100 | 组 2 | 克伦特罗-$D_9$ |
| 17 | 普萘洛尔 | 1 | 100 | 组 2 | |
| 18 | 美托洛尔 | 1 | 100 | 组 2 | |
| 19 | 氨苯喋啶 | 2 | 200 | 组 3 | 莱克多巴胺-$D_5$ |
| 20 | 螺内酯 | 2 | 200 | 组 3 | 勃地酮-$D_3$ |
| 21 | 坎利酮 | 2 | 200 | 组 3 | 睾酮-$D_3$ |
| 22 | 睾酮 | 2 | 200 | 组 4 | |
| 23 | 诺龙 | 2 | 200 | 组 4 | |
| 24 | 去氢甲睾酮 | 2 | 200 | 组 4 | |
| 25 | 勃地酮 | 2 | 200 | 组 4 | 勃地酮-$D_3$ |
| 26 | 群勃龙 | 2 | 200 | 组 4 | |
| 27 | 雄烯二酮 | 2 | 200 | 组 4 | |

表 B.1 混合标准储备液和混合中间液分组、配制浓度（续）

| 序号 | 被测化合物 | 储备液浓度（μg/mL） | 中间液浓度（ng/mL） | 组别 | 对应的内标物 |
|---|---|---|---|---|---|
| 28 | 脱氢表雄酮 | 2 | 200 | 组 4 | 甲基睾酮-$D_3$ |
| 29 | 甲基睾酮 | 2 | 200 | 组 4 | |
| 30 | 美睾酮 | 8 | 200 | 组 4 | |
| 31 | 美雄诺龙 | 2 | 200 | 组 4 | 孕酮-$D_9$ |
| 32 | 司坦唑醇 | 2 | 200 | 组 4 | 地塞米松-$D_5$ |
| 33 | 地塞米松 | 4 | 400 | 组 3 | 氢化可的松-$D_3$ |
| 34 | 氢化可的松 | 4 | 400 | 组 5 | |
| 35 | 波尼松龙 | 4 | 400 | 组 5 | |
| 36 | 可的松 | 4 | 400 | 组 5 | |
| 37 | 波尼松 | 4 | 400 | 组 5 | |
| 38 | 醋酸氟轻松 | 4 | 400 | 组 5 | |
| 39 | 氟氢可的松 | 4 | 400 | 组 5 | |
| 40 | 倍氯米松 | 4 | 400 | 组 5 | 孕酮-$D_9$ |
| 41 | 孕酮 | 2 | 200 | 组 6 | |
| 42 | 醋酸美伦孕酮 | 2 | 200 | 组 6 | |
| 43 | 醋酸甲羟孕酮 | 2 | 200 | 组 6 | 睾酮-$D_3$ |
| 44 | 17α-羟孕酮 | 2 | 200 | 组 6 | 甲基睾酮-$D_3$ |
| 45 | 甲地孕酮 | 2 | 200 | 组 6 | |
| I-1 | 克伦特罗-D9 | 1 | 100 | 组 7 | / |
| I-2 | 莱克多巴胺- D5 | 1 | 100 | 组 7 | / |
| I-3 | 沙丁胺醇- $D_3$ | 1 | 100 | 组 7 | / |
| I-4 | 甲基睾酮-$D_3$ | 2 | 200 | 组 7 | / |
| I-5 | 睾酮- $D_3$ | 2 | 200 | 组 7 | / |
| I-6 | 勃地酮- $D_3$ | 2 | 200 | 组 7 | / |
| I-7 | 孕酮- $D_9$ | 2 | 200 | 组 7 | / |
| I-8 | 氢化可的松-$D_3$ | 4 | 400 | 组 7 | / |
| I-9 | 地塞米松-$D_5$ | 4 | 400 | 组 7 | / |

## 附录 C

（资料性）

## 目标化合物及内标物的保留时间及主要质谱参数

本方法目标化合物及内标物的保留时间及主要质谱参数见表 C.1。

**表 C.1 目标化合物及内标物的保留时间及主要质谱参数**

| 序号 | 目标化合物 | 保留时间 (min) | 母离子 (m/z) | 子离子（m/z） | 碰撞能 (V) | 碎裂电压 (V) |
|---|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 克伦特罗 | 4.56 | 277.4 | 132.1* | 26 | 34 |
| | | | | 203.1 | 14 | |
| 2 | 妥布特罗 | 4.97 | 228.4 | 172.2* | 10 | 18 |
| | | | | 154.1 | 16 | |
| 3 | 班布特罗 | 5.12 | 368.7 | 72.2* | 34 | 18 |
| | | | | 294.4 | 20 | |
| 4 | 克伦丙罗 | 2.83 | 263.3 | 203.1* | 16 | 26 |
| | | | | 168.1 | 26 | |
| 5 | 喷布特罗 | 7.31 | 292.5 | 236.3* | 14 | 72 |
| | | | | 74.2 | 20 | |
| 6 | 克伦塞罗 | 3.81 | 319.4 | 203.1* | 20 | 36 |
| | | | | 81.1 | 26 | |
| 7 | 马布特罗 | 5.02 | 311.4 | 217.2* | 24 | 20 |
| | | | | 237.2 | 14 | |
| 8 | 溴布特罗 | 4.96 | 367.4 | 132.3* | 46 | 26 |
| | | | | 293.1 | 18 | |
| 9 | 西马特罗 | 2.64 | 220.4 | 160.2* | 14 | 18 |
| | | | | 143.2 | 24 | |
| 10 | 氯丙那林 | 4.51 | 214.3 | 154.2* | 16 | 18 |
| | | | | 118.9 | 26 | |
| 11 | 奥西那林 | 2.20 | 212.3 | 152.1* | 16 | 22 |
| | | | | 125.2 | 20 | |
| 12 | 沙丁胺醇 | 2.86 | 240.4 | 148.2* | 16 | 16 |
| | | | | 166.2 | 12 | |
| 13 | 齐帕特罗 | 2.82 | 262.4 | 185.2* | 24 | 18 |
| | | | | 202.2 | 18 | |
| 14 | 莱克多巴胺 | 4.21 | 302.5 | 107.2 * | 26 | 26 |
| | | | | 164.2 | 14 | |
| 15 | 沙美特罗 | 7.31 | 416.7 | 91.2* | 38 | 25 |
| | | | | 380.6 | 18 | |
| 16 | 阿替洛尔 | 2.87 | 267.4 | 145.2* | 26 | 20 |
| | | | | 74.2 | 22 | |
| 17 | 普萘洛尔 | 5.94 | 260.4 | 183.2* | 18 | 18 |
| | | | | 116.2 | 16 | |

表 C.1 目标化合物及内标物的保留时间及主要质谱参数（续）

| 序号 | 目标化合物 | 保留时间 (min) | 母离子 (m/z) | 子离子（m/z） | 碰撞能 (V) | 碎裂电压 (V) |
|---|---|---|---|---|---|---|
| 18 | 美托洛尔 | 4.75 | 268.5 | 72.1* | 18 | 18 |
| | | | | 116.2 | 18 | |
| 19 | 氨苯喋啶 | 4.43 | 254.4 | 141.1* | 44 | 16 |
| | | | | 104.2 | 38 | |
| 20 | 螺内酯 | 7.10 | 341.5 | 107.2* | 26 | 48 |
| | | | | 91.1 | 48 | |
| 21 | 坎利酮 | 7.11 | 341.5 | 107.2* | 28 | 58 |
| | | | | 91.1 | 52 | |
| 22 | 睾酮 | 7.49 | 289.5 | 97.1* | 20 | 48 |
| | | | | 109.2 | 22 | |
| 23 | 诺龙 | 7.20 | 275.5 | 109.2* | 28 | 2 |
| | | | | 239.3 | 16 | |
| 24 | 去氢甲睾酮 | 7.31 | 301.5 | 121.1* | 26 | 26 |
| | | | | 149.2 | 14 | |
| 25 | 勃地酮 | 7.06 | 287.5 | 121.1* | 26 | 30 |
| | | | | 135.2 | 14 | |
| 26 | 群勃龙 | 6.98 | 271.4 | 199.2* | 22 | 62 |
| | | | | 165.3 | 44 | |
| 27 | 雄烯二酮 | 7.19 | 287.5 | 97.2* | 20 | 34 |
| | | | | 109.2 | 24 | |
| 28 | 脱氢表雄酮 | 7.49 | 289.5 | 253.3* | 10 | 6 |
| | | | | 213.3 | 18 | |
| 29 | 甲基睾酮 | 7.75 | 303.6 | 97.1* | 26 | 32 |
| | | | | 109.2 | 24 | |
| 30 | 美睾酮 | 8.33 | 305.5 | 269.4* | 16 | 15 |
| | | | | 95.6 | 32 | |
| 31 | 美雄诺龙 | 8.45 | 305.6 | 269.4* | 14 | 10 |
| | | | | 105.2 | 20 | |
| 32 | 司坦唑醇 | 8.33 | 329.6 | 81.1* | 38 | 16 |
| | | | | 95.1 | 38 | |
| 33 | 地塞米松 | 6.78 | 393.5 | 373.4* | 8 | 12 |
| | | | | 355.3 | 10 | |
| 34 | 氢化可的松 | 6.42 | 363.5 | 121.1* | 22 | 44 |
| | | | | 105.1 | 44 | |
| 35 | 波尼松龙 | 6.42 | 361.5 | 325.4* | 8 | 24 |
| | | | | 307.4 | 10 | |
| 36 | 可的松 | 6.19 | 361.6 | 163.2* | 24 | 18 |
| | | | | 121.2 | 36 | |

## 表 C.1 目标化合物及内标物的保留时间及主要质谱参数（续）

| 序号 | 目标化合物 | 保留时间 (min) | 母离子 (m/z) | 子离子（m/z） | 碰撞能 (V) | 碎裂电压 (V) |
|---|---|---|---|---|---|---|
| 37 | 波尼松 | 6.11 | 359.5 | 147.1* | 26 | 28 |
| | | | | 313.4 | 12 | |
| 38 | 醋酸氟轻松 | 6.82 | 453.5 | 121.2* | 28 | 16 |
| | | | | 433.4 | 8 | |
| 39 | 氟氢可的松 | 6.34 | 381.5 | 239.3* | 24 | 38 |
| | | | | 91.2 | 58 | |
| 40 | 倍氯米松 | 6.81 | 409.5 | 373.4* | 8 | 6 |
| | | | | 121.2 | 42 | |
| 41 | 孕酮 | 8.40 | 315.5 | 97.1* | 20 | 12 |
| | | | | 109.2 | 22 | |
| 42 | 醋酸美伦孕酮 | 8.30 | 397.2 | 279.2* | 22 | 2 |
| | | | | 337.1 | 14 | |
| 43 | 醋酸甲羟孕酮 | 8.25 | 387.2 | 123.0* | 32 | 2 |
| | | | | 327.2 | 14 | |
| 44 | 17α-羟孕酮 | 7.58 | 331.2 | 97.0* | 26 | 4 |
| | | | | 109.2 | 30 | |
| 45 | 甲地孕酮 | 7.87 | 343.1 | 187.1* | 26 | 2 |
| | | | | 325.1 | 18 | |
| I-1 | 克伦特罗-$D_9$ | 4.54 | 286.4 | 204.1* | 16 | 6 |
| | | | | 133.0 | 28 | |
| I-2 | 莱克多巴胺- $D_5$ | 4.19 | 307.5 | 165.2* | 14 | 14 |
| | | | | 111.1 | 32 | |
| I-3 | 沙丁胺醇- $D_3$ | 2.85 | 243.5 | 151.2* | 16 | 32 |
| | | | | 169.2 | 12 | |
| I-4 | 甲基睾酮-$D_3$ | 7.90 | 306.6 | 97.2* | 24 | 10 |
| | | | | 109.2 | 28 | |
| I-5 | 睾酮- $D_3$ | 7.49 | 292.5 | 97.2* | 24 | 90 |
| | | | | 109.1 | 20 | |
| I-6 | 勃地酮- $D_3$ | 7.05 | 290.6 | 121.2* | 22 | 12 |
| | | | | 138.1 | 12 | |
| I-7 | 孕酮- $D_9$ | 8.35 | 324.6 | 100.1* | 20 | 26 |
| | | | | 113.2 | 24 | |
| I-8 | 氢化可的松-$D_3$ | 6.42 | 366.6 | 121.2* | 22 | 16 |
| | | | | 330.4 | 14 | |
| I-9 | 地塞米松-$D_5$ | 6.78 | 398.6 | 378.5* | 8 | 12 |
| | | | | 360.4 | 10 | |
| 注：带 * 的是定量离子 | | | | | | |

# 附 录 D

（资料性）

## 目标化合物和内标物标准溶液特征离子质量色谱图

本方法目标化合物和内标物标准溶液特征离子质量色谱图见图 D.1

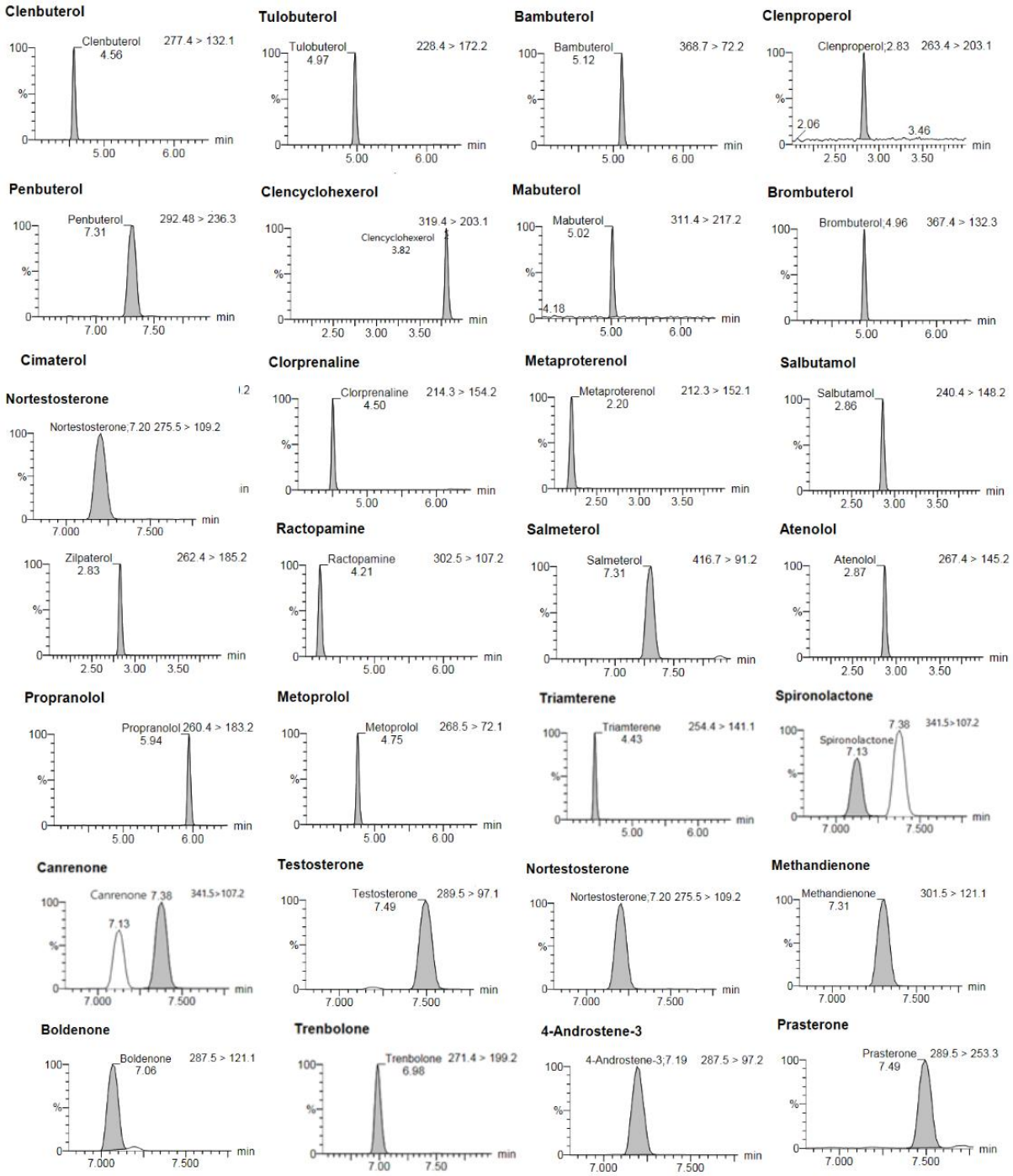


图 D.1 目标化合物和内标物标准溶液特征离子质量色谱图

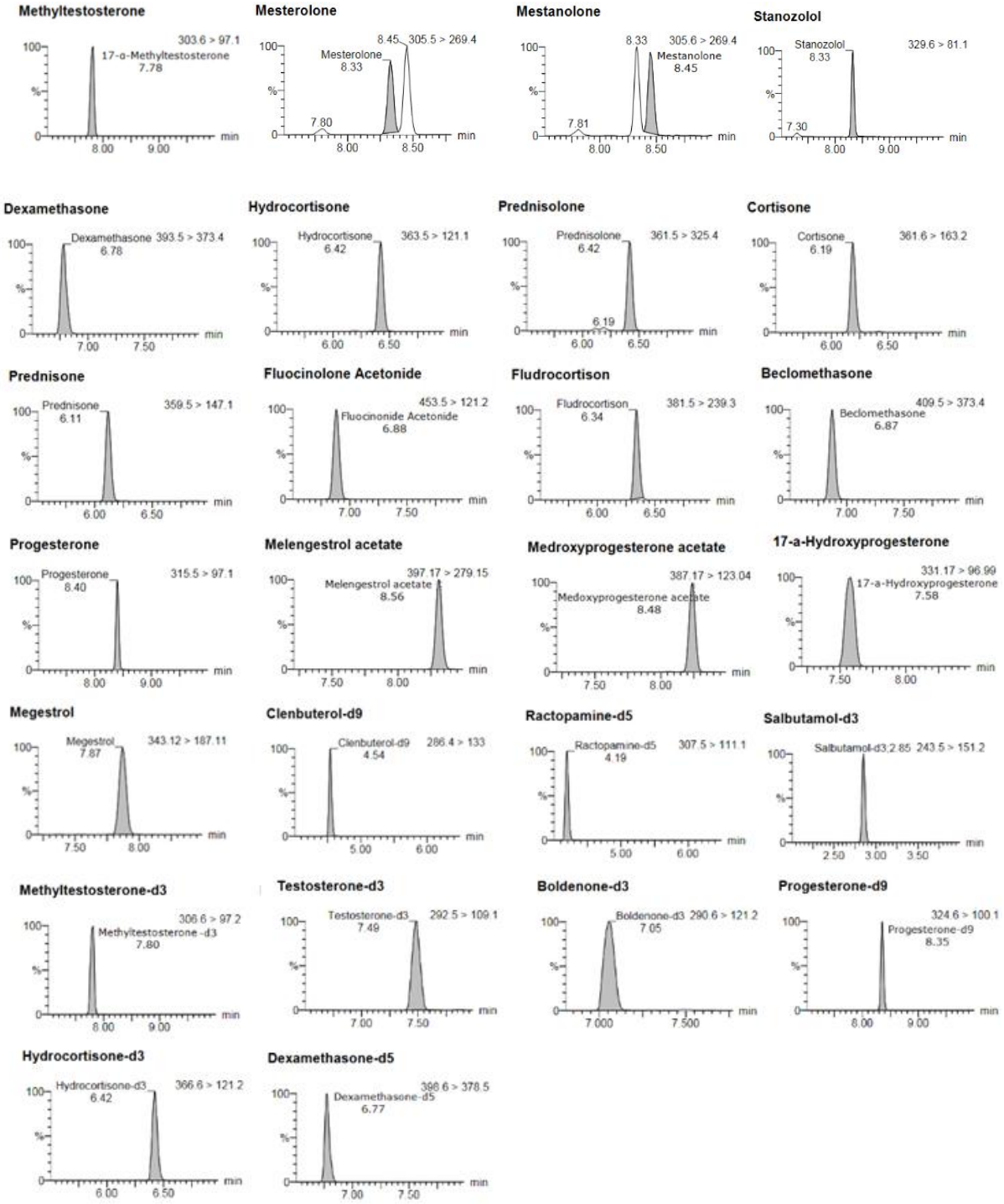


图 D.1 目标化合物和内标物标准溶液特征离子质量色谱图（续）