



中华人民共和国国家标准

GB/T 24800.2-XXXX

化妆品中糖皮质激素的测定 液相色谱串联质谱法和薄层层析法

Determination of Glucocorticoids in cosmetics by LC-MS/MS and TLC method

(征求意见稿)

发布

实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

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》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件代替GB/T 24800.2—2009《化妆品中四十一一种糖皮质激素的测定 液相色谱/串联质谱法和薄层层析法》，与GB/T 24800.2—2009相比进行了全面修订，主要技术变化如下：

- a) 增加了糖皮质激素的种类，从41种增加为105种；
- b) 更改了液相色谱串联质谱法原理（见 4.1，2009版 4.1）；
- c) 更改了液相色谱串联质谱法的试样制备（见4.4，2009版 4.4）；
- d) 更改了液相色谱串联质谱法的液相色谱参考条件（见4.5.1，2009版 4.5.1）
- e) 更改了液相色谱串联质谱法的质谱定性确证参考条件（见4.5.2，2009版 4.5.2）
- f) 更改了液相色谱串联质谱法的定量测定（见4.5.3.2，2009版4.5.3.2）
- g) 更改了薄层层析法标准溶液的配制（见5.2.11、5.2.12，2009版5.2.11）
- h) 更改了薄层层析法的仪器设备（见5.3，2009版5.3）
- i) 更改了薄层层析法的试样制备（见5.4，2009版5.4）
- j) 更改了薄层层析法的薄层层析（见5.5，2009版5.5）
- k) 更改了薄层层析法的结果判定（见5.6，2009版5.6）

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国香料香精化妆品标准化技术委员会（SAC/TC 257）归口。

本标准起草单位：大连市检验检测认证技术服务中心、大连理工大学、大连海关技术中心

本标准主要起草人：

引 言

本标准的被测物质是我国《化妆品安全技术规范》规定的禁用物质。

禁用物质是指不能作为化妆品生产原料即组分添加到化妆品中的物质。《化妆品安全技术规范》规定：若技术上无法避免禁用物质作为杂质带入化妆品时，应进行安全性风险评估，确保在正常、合理及可预见的使用条件下不得对人体健康产生危害。

目前我国尚未规定这些物质的限量值，本标准的制定，仅对化妆品中测定这些物质提供检测方法。

化妆品中糖皮质激素的测定 液相色谱串联质谱法和薄层层析法

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关规定的条件。

1 范围

本标准规定了化妆品中105种糖皮质激素测定的液相色谱串联质谱法和薄层层析法。

本标准液相色谱串联质谱法适用于膏霜、乳液、化妆水、精油等化妆品中105种糖皮质激素的定性定量测定。检出限为0.06 µg/g和定量限为0.2 µg/g。

本标准方法第二法薄层色谱法适用于膏霜、乳液、化妆水、精油等化妆品中105种糖皮质激素的定性筛查。点样量为20 µL时，环索奈德、呋曲安奈德的检出限为100 µg/g，双氟可龙戊酸酯、氢化可的松环戊丙酸酯、美替诺龙醋酸酯、己曲安奈德、倍他米松丁丙酸酯、氯可托龙特戊酸酯、倍氯米松双丙酯的检出限为50 µg/g，其他96种糖皮质激素的检出限为20 µg/g。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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

下列术语和定义适用于本标准。

3.1 糖皮质激素 glucocorticoids

糖皮质激素类药物属甾体类化合物，外用糖皮质激素的基本化学结构为氢化可的松结构。即含17个碳原子的环戊烷并多氢菲母核、C10和C13位上有甲基、C17位上有二碳侧链、C3位酮基和C4-C5位双键。在此基础上，进行C1-C2位脱氢、C6-α位甲基化、C9-α位氟化、C11位羟基化等修饰后，构成一类应用范围不同、效果强弱不同的糖皮质激素类药物。

4 液相色谱-串联质谱法

4.1 原理

利用乙腈饱和盐水体系分散提取化妆品中的糖皮质激素，离心取上层乙腈层，加絮凝剂沉淀除去大分子杂质，加水增加溶剂极性，离心除去非极性沉淀，用液相色谱串联质谱法测定，色谱保留时间及质谱定性，基质标准曲线外标法或标准加入法定量。

4.2 试剂和材料

除非另有说明，所用试剂为分析纯，所用水为GB/T 6682中规定的一级水。

4.2.1 标准物质：纯度大于95%。105种糖皮质激素的中文名称、通用名、CAS号、分子式、结构式、相对分子质量参见附录A表A.1。

4.2.2 甲醇：色谱纯或以上

4.2.3 乙腈：色谱纯或以上

4.2.4 乙腈

4.2.5 乙酸：色谱纯或以上

4.2.6 乙酸

4.2.7 氯化钠

4.2.8 亚铁氰化钾

4.2.9 乙酸锌

4.2.10 0.2%乙酸的饱和氯化钠溶液：称取氯化钠（4.2.7）40 g，量取 0.2 mL 乙酸（4.2.6）于同一容器中，加入 100 mL 水，搅拌至晶体不再溶解。

4.2.11 10%亚铁氰化钾溶液：称重 57.5 g $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ （4.2.8）固体，溶解于 500 mL 水中。

4.2.12 0.4%乙酸的 20%乙酸锌溶液：称重 119.5 g $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_4\text{Zn} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ （4.2.9）固体，量取 2 mL 乙酸（4.2.6）于同一容器中，加 500 mL 水溶解，震荡混匀。

4.2.13 0.2%乙酸的 50%乙腈水：量取体积比为 50：50：0.2 的乙腈（4.2.4）：水：乙酸（4.2.6）于同一容器中，震荡混匀。

4.2.14 0.2%乙酸的乙腈：每 100 mL 乙腈中加入 0.2 mL 乙酸（4.2.6），震荡混匀。

4.2.15 0.2%乙酸的水：每 100 mL 水中加入 0.2 mL 乙酸（4.2.6），震荡混匀。

4.2.16 标准溶液配制

4.2.16.1 标准储备液的配制：（1）分别准确称取氟米龙、氟尼缩松、曲安西龙环氧物标准物质 5 mg（精确至 0.0001g）至 5 mL 棕色容量瓶中，用 50%甲醇水定容至刻度，配制浓度为 1.0 mg/mL 的储备液；（2）其余 102 种糖皮质激素标准物质均用甲醇（4.2.2）定容至刻度，配制浓度为 1.0 mg/mL 的储备液。所有储备液于-18℃冷冻密封保存 12 个月。取出使用时，需恢复至室温。如遇析晶，需振荡或超声助溶后再使用。

4.2.16.2 混合标准中间液的配制：分别准确移取糖皮质激素的标准储备液（4.2.16.1）10 μL 至 10 mL 容量瓶中，用乙腈（4.2.3）定容至刻度，配制浓度分别是 1 $\mu\text{g/mL}$ 的混合标准中间液。于-18℃冷冻保存 6 个月。取出使用时，需恢复至室温。

4.2.16.3 标准工作溶液的配制：准确移取混合标准中间液（4.2.16.2）50 μL 、100 μL 、200 μL 、400 μL 、600 μL 、800 μL 至 10 mL 容量瓶中，用含 0.2%乙酸的 50%乙腈水（4.2.13）定容至刻度，成为浓度分别是 5、10、20、40、60、80 ng/mL 的混合标准工作溶液。临用现配。

4.2.16.4 基质标准工作溶液的配制：准确称取与待测样基质相近的基质空白 0.25 g，按 6.1 或 6.2 处理，得基质溶液。分别移取混合标准中间液（4.2.16.2）各 50 μL 、100 μL 、200 μL 、400 μL 、600 μL 、800 μL ，用基质溶液定容至 10 mL，得浓度分别是 5、10、20、40、60、80 ng/mL 的基质标准工作溶液。临用现配。

4.2.17 孔径 0.22 μm 有机滤膜。

4.2.18 具塞离心管：10 mL

4.3 仪器设备

4.3.1 液相色谱串联四极杆质谱仪，配置 ESI 离子源。

4.3.2 分析天平：感量 0.001g；0.00001 g。

4.3.3 漩涡混合器。

4.3.4 超声波清洗器：功率不低于 300 W。

4.3.5 离心机：转速不小于 10000 r/min。冷冻离心效果更佳。

4.3.6 移液枪或移液器

4.4 试样制备

4.4.1 非精油类化妆品

准确称取0.25 g样品（精确至0.001 g）于10 mL具塞刻度离心管（4.2.18）中，先加入4 mL含0.2%乙酸的饱和氯化钠溶液（4.2.10），涡旋混匀后，再加4 mL含0.2%乙酸的乙腈（4.2.14），充分涡旋或震荡摇匀后于5000 r/min离心10 min。移取上层清液至10 mL离心管中，加入10%亚铁氰化钾溶液（4.2.11）和含0.4%乙酸的20%的乙酸锌溶液（4.2.12）各0.25 mL，最后加入含0.2%乙酸的水（4.2.15）定容至10 mL，充分涡旋或震荡摇匀，于10000 r/min离心5 min，经滤膜（4.2.17）过滤，弃去初滤液，取续滤液1 mL转入进样瓶中待测。

4.4.2 精油类化妆品

准确称取0.25 g样品（精确至0.001 g）于10 mL具塞刻度离心管（4.2.18）中，先加入加5 mL含0.2%乙酸的乙腈（4.2.14）涡旋混匀后，再加入4 mL含0.2%乙酸的饱和氯化钠溶液（4.2.10），充分涡旋或震荡摇匀后于5000 r/min离心10 min。移取上层清液至10 mL离心管中，最后加水定容至10 mL，充分涡旋或震荡摇匀，于10000 r/min离心5 min，经滤膜（4.2.17）过滤，弃去初滤液，取续滤液1 mL转入进样瓶中待测。

4.5 测定

4.5.1 液相色谱参考条件

液相色谱参考条件如下：

- a) 色谱柱：C₁₈（3.0 mm×150 mm, 1.7 μm）（Waters ACQUITY UPLC BEH C₁₈），或效能相当的色谱柱；
- b) 柱温：40℃；
- c) 流动相：A：0.2%乙酸的水溶液；B：0.2%乙酸的甲醇溶液；（注：流动相用色谱纯试剂配制）
- d) 流速：0.4 mL/min；
- e) 进样量：5.0 μL；
- g) 液相色谱分离条件参见表1。通过阀切换，前5分钟切入废液，5分钟之后切入质谱，避免样品溶液中的无机盐污染质谱。

表1 液相色谱分离条件

时间/min	流速/（mL/min）	流动相A/%	流动相B/%
0	0.4	70	30
2	0.4	60	40
8	0.4	50	50
11	0.4	50	50
18	0.4	45	55
20	0.4	40	60
28	0.4	5	95
31	0.4	5	95
31.1	0.4	70	30
35	0.4	70	30

色谱柱的型号，内径和长度及色谱填料粒径可根据色谱分离情况自由选择。流动相的梯度设置应根据不同色谱柱上目标化合物的保留时间做相应调整。

4.5.2 质谱定性确证参考条件

质谱定性确证参考条件如下：

离子源：电喷雾电离源正离子模式（ESI⁺）

检测方式：多反应监测（MRM）

气帘气压力：240 kPa

碰撞气压力：60 kPa

离子源电压：5500 V

温度：550℃

喷雾气压力：380 kPa

辅助加热气：410 kPa

其他质谱参数（个性参数）见表2。

表2 105种糖皮质激素的质谱分析参考参数

序号	Compound	Parent ion (m/z)	Product ions (m/z)	Retention time (min)	DP	CE
1.	曲安西龙	395.2	357.2 [*] /225.1	8.83	52	20/27
2.	16 α -羟基泼尼松龙	377.2	359.2 [*] /147.1	9.71	70	17/30
3.	曲安西龙环氧化物	375.2	225.0 [*] /237.4	10.32	90	29/30
4.	6 β -羟基曲安奈德	451.0	387.2 [*] /311.2	10.45	110	17/23
5.	泼尼松	359.2	341.2 [*] /147.2	11.76	80	15/35
6.	6 α -氟-异氟泼尼龙	397.2	253.1 [*] /263.1	11.85	80	24/29
7.	可的松	361.2	163.2 [*] /121.1	12.35	80	34/47
8.	异氟泼尼松	379.3	359.2 [*] /341.2	12.88	90	14/18
9.	氟泼尼龙	379.1	341.3 [*] /323.2	13.21	95	16/17
10.	氟氢可的松	381.1	239.2 [*] /181.2	13.52	150	35/40
11.	16 α -羟基泼尼松龙醋酸酯	419.2	401.2 [*] /323.1	13.8	90	17/18
12.	氢化可的松	363.2	121.1 [*] /105.0	14.25	80	31/68
13.	泼尼松龙	361.2	343.2 [*] /147.2	14.28	80	14/34
14.	曲安西龙双醋酸酯	479.2	441.2 [*] /321.1	16.02	81	14/19
15.	双氟拉松	411.2	253.1 [*] /235.1	17.36	80	29/37
16.	氟米松	411.3	253.2 [*] /121.0	17.74	80	22/50
17.	迪普罗酮	327.2	147.1 [*] /171.1	17.83	110	33/33
18.	甲基泼尼松	373.2	355.2 [*] /147.1	17.85	70	17/31
19.	倍他米松	393.2	355.0 [*] /146.8	18.88	56	18/37
20.	异氟泼尼松醋酸酯	421.2	401.3 [*] /383.3	18.93	90	13/16
21.	泼尼松 17, 21-双乙酸酯	443.2	383.5 [*] /305.2	19.06	110	15/20
22.	地塞米松	393.2	355.0 [*] /146.8	19.16	53	17/40
23.	氢化可的松琥珀酸酯	463.3	327.2 [*] /309.3	19.19	145	23/25
24.	泼尼松龙半琥珀酸酯	461.2	307.2 [*] /147.1	19.27	80	22/37
25.	地塞米松 9, 11-环氧	373.1	355.3 [*] /337.3	19.65	90	17/16
26.	帕拉米松	393.2	337.2 [*] /171.1	19.66	80	16/34
27.	氟氢可的松醋酸酯	423.4	239.2 [*] /343.2	19.75	170	35/30
28.	泼尼松醋酸酯	401.2	295.2 [*] /147.2	19.95	80	23/39

29.	甲基泼尼松龙	375.2	357.1*/161.1	20.01	66	14/28
30.	6 α -甲基氢化可的松	377.3	341.4*/323.3	20.17	130	24/25
31.	曲安奈德	435.3	415.3*/357.2	20.21	100	15/20
32.	倍氯米松	409.2	147.1*/279.1	20.3	106	39/41
33.	氢化可的松醋酸酯	405.3	309.2*/120.8	20.31	80	25/24
34.	脱氧可的松	347.3	108.9*/97.0	20.32	126	45/47
35.	泼尼松龙醋酸酯	403.3	307.2*/367.3	20.39	85	20/15
36.	可的松醋酸酯	403.3	163.3*/343.3	20.48	140	35/27
37.	氟轻松	453.2	337.1*/121.0	20.62	80	21/46
38.	卤美他松	445.2	154.8*/287.0	21.03	80	45/34
39.	氟尼缩松	435.2	321.2*/397.1	21.41	80	18/19
40.	21-去乙酰基地夫可特	384.2	126.1*/147.1	21.59	120	43/38
41.	地索奈德	417.2	323.3*/225.1	21.69	80	17/30
42.	氟米龙	377.2	279.3*/321.3	21.78	80	22/18
43.	氟氢缩松	437.3	361.2*/285.2	21.95	80	24/29
44.	氢化曲安奈德	437.2	341.1*/283.1	22.37	120	30/36
45.	氯泼尼醇	393.2	205.0*/271.1	22.8	80	32/25
46.	去羟米松	377.2	171.0*/147.0	22.85	70	29/28
47.	双氟美松醋酸酯	453.1	253.2*/335.3	23.09	110	25/20
48.	地夫可特	442.3	123.9*/141.9	23.35	80	45/65
49.	甲基泼尼松龙琥珀酸酯	475.0	457.0*/339.0	23.41	80	14/17
50.	倍他米松醋酸酯	435.3	337.0*/309.0	23.43	80	15/15
51.	甲泼尼松醋酸酯	415.1	327.2*/147.1	23.62	120	22/34
52.	氯倍他索	411.2	373.3*/390.9	23.78	90	20/15
53.	地塞米松醋酸酯	435.3	337.0*/309.0	23.8	80	17/15
54.	帕拉米松醋酸酯	435.2	319.1*/171.1	23.95	75	19/40
55.	甲基泼尼松龙醋酸酯	417.2	253.2*/399.2	23.97	80	28/28
56.	氟米龙醋酸酯	419.3	279.2*/321.2	24.13	80	20/19
57.	莫美他松	427.2	409.3*/237.4	24.33	100	17/35
58.	双氟拉松-21-丙酸酯	467.2	317.1*/335.2	24.62	100	20/19
59.	双氟拉松-17-丙酸酯	467.2	353.2*/373.2	24.78	105	19/17
60.	倍他米松丙酸酯	449.2	355.2*/279.2	24.97	90	16/24
61.	氢化可的松丁酸酯	433.3	345.0*/120.8	24.99	80	22/23
62.	二氟拉松双醋酸酯	495.3	317.1*/307.3	25.08	110	20/25
63.	氢化可的松醋丙酯	461.2	387.2*/309.3	25.19	80	15/26
64.	氯倍他索乙酸酯	453.2	373.3*/278.2	25.23	80	163/0
65.	地塞米松异烟酸酯	498.3	478.4*/460.4	25.23	110	21/25
66.	氟轻松醋酸酯	495.3	455.4*/319.3	25.26	120	20/22
67.	曲安奈德醋酸酯	477.2	339.2*/321.2	25.27	80	22/23
68.	双氟泼尼酯	509.2	303.3*/279.3	25.53	110	22/22
69.	布地奈德	431.2	413.2*/147.1	25.63	40	15/33
70.	21-醋酸地索奈德	459.3	441.3*/323.1	25.77	100	16/23
71.	甲羟松	345.2	327.3*/135.2	25.94	100	20/27
72.	卤倍他索丙酸酯	485.2	391.2*/353.1	26.13	80	17/20

73.	阿氯米松双丙酸酯	521.4	503.3*/319.2	26.17	105	13/20
74.	甲基泼尼松龙乙丙酸酯	473.3	455.2*/381.2	26.2	90	16/17
75.	氢化可的松戊酸酯	447.3	345.3*/121.1	26.29	80	19/39
76.	氯倍他索丙酸酯	467.2	373.2*/355.2	26.33	80	18/13
77.	哈西奈德	455.3	377.3*/341.2	26.38	170	33/33
78.	地塞米松戊酸酯	477.3	355.2*/279.2	26.38	90	16/26
79.	莫米他松糠酸酯	521.3	503.2*/355.2	26.39	100	17/24
80.	氯替泼诺	467.2	359.1*/265.1	26.42	80	26/17
81.	氟替卡松丙酸酯	501.2	313.2*/293.2	26.44	80	22/20
82.	泼尼卡酯	489.2	381.3*/115.1	26.54	80	16/25
83.	泼尼松龙戊酸酯	445.3	427.2*/307.2	26.7	90	18/25
84.	替可的松特戊酸酯	463.2	343.2*/361.2	26.92	80	26/25
85.	倍他米松戊酸酯	477.2	355.3*/279.3	26.97	80	18/24
86.	泼尼松龙醋酸戊酸酯	487.2	367.3*/469.3	27.03	120	18/14
87.	氟米松特戊酸酯	495.4	477.4*/373.3	27.04	110	15/20
88.	安西奈德	503.4	483.3*/399.3	27.04	105	14/17
89.	氯倍他松丁酸酯	479.3	343.2*/279.2	27.11	86	24/24
90.	氢化可的松丙丁酸酯	489.4	401.4*/327.3	27.22	120	20/30
91.	倍他米松双丙酸酯	505.3	319.2*/279.1	27.26	71	20/35
92.	倍他米松苯甲酸酯	497.3	355.3*/337.2	27.3	100	16/20
93.	泼尼松龙丁醋酸酯	459.3	441.2*/307.2	27.4	90	16/27
94.	地塞米松特戊酸酯	477.3	355.1*/337.1	27.43	100	20/20
95.	瑞美松龙	353.2	121.1*/173.1	27.62	100	45/31
96.	倍氯米松双丙酸酯	521.1	503.2*/319.2	27.71	80	16/23
97.	双氟可龙戊酸酯	479.2	375.3*/439.4	27.8	80	18/17
98.	倍他米松丁酸丙酸酯	519.4	411.2*/319.3	27.94	110	18/25
99.	去异丁基环索奈德	471.0	453.0*/323.2	28.12	110	18/23
100.	氯可托龙特戊酸酯	495.3	477.4*/457.3	28.21	110	16/20
101.	呋曲安奈德	579.3	559.4*/501.3	28.29	115	16/19
102.	氢化可的松环戊丙酸酯	487.6	327.3*/309.3	28.54	170	27/29
103.	美替诺龙醋酸酯	345.3	187.2*/303.4	28.57	125	30/25
104.	己曲安奈德	533.3	415.2*/397.2	28.78	90	22/23
105.	环索奈德	541.4	523.4*/305.3	30.43	115	18/28

注：*定量离子

4.5.3 测定结果

4.5.3.1 定性分析

取样品待测溶液与混合标准工作溶液（4.2.16.3）在相同试验条件下测定，试样溶液中待测组分的保留时间与混合标准工作溶液中对组分的保留时间一致(偏差在±2.5%之内)，且定性离子的相对丰度与浓度接近的标准溶液中对组分的定性离子的相对丰度进行比较，偏差不超过表3规定的范围，即可判定样品中存在该组分。

105种糖皮质激素标准物质的总离子流色谱图参见附录B的图 B.1 。

表3定性确证时相对离子丰度的允许偏差

相对离子丰度k%	k>50	50≥k>20	20≥k>10	k≤10
允许的最大偏差%	±20%	±25%	±30%	±50%

4.5.3.2 定量测定

当定性筛查结果为阳性时，取样品溶液与基质标准工作溶液（4.2.16.4）在相同试验条件下测定，以标准溶液浓度为横坐标,对应的峰面积为纵坐标，绘制基质校准曲线，根据峰面积对应校准曲线上的溶液浓度定量。试样溶液中待测组分的响应值应在校准曲线的线性范围内，超过线性范围则应稀释后测定。

注:因稀释可能导致基质效应的变化，基质标准工作溶液可根据试样溶液的稀释比例重新制备并测定。

4.5.3.3 结果计算

样品溶液中目标物的含量，用标准曲线外标法确定。化妆品样品中目标物含量则按公式（1）进行计算。

$$X = \frac{C \times V}{m \times 1000} \quad \text{----- (1)}$$

式中：

X——样品中目标物的含量，单位为微克每克（μg/g）

C——从标准曲线中计算出的样品溶液中目标物的质量浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；

V——按稀释倍数折算的被测样液总体积，单位为毫升（mL）；

m——称取样品的质量，单位为克（g）。

计算结果至少保留3位有效数字。

4.6 回收率和精密度

目标物含量在0.2 μg/g~2 μg/g范围内，回收率为80%~120%，相对标准偏差小于10%。

4.7 允许差

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于其算术平均值的15%。

5 薄层层析法

5.1 原理

化妆品中的糖皮质激素经提取、净化、浓缩后，经高效硅胶层析展开显色后与标准品的R_f值及显色特征进行比较，判断样品中是否存在糖皮质激素。

5.2 试剂和材料

除非另有说明，所用试剂为分析纯，所用水为GB/T 6682中规定的一级水。与4.2相同的试剂与材料不再列出。

5.2.1 乙酸乙酯

5.2.2 正己烷

5.2.3 无水乙醇

5.2.4 甲醇

5.2.5 浓硫酸

5.2.6 无水乙酸

5.2.7 茴香醛

5.2.8 四氮唑蓝

5.2.9 氢氧化钠

5.2.10 12%NaOH 甲醇溶液：12 gNaOH 溶于 100 mL 的甲醇中。

5.2.11 特征对照组糖皮质激素标准工作溶液（也可选 R_f 值由低到高其他分布比较开的一组糖皮质激素作为特征对照组）：取泼尼松龙（ R_f 值 0.08）、迪普罗酮（ R_f 值 0.22）、甲基泼尼松龙醋酸酯（ R_f 值 0.30）、帕拉米松醋酸酯（ R_f 值 0.37）、氢化可的松醋酸酯（ R_f 值 0.43）、安西奈德（ R_f 值 0.58）、氢化可的松环戊丙酸酯（ R_f 值 0.65）、替可的松特戊酸酯（ R_f 值 0.74）、美替诺龙醋酸酯（ R_f 值 0.85）标准储备液（4.2.16.1）各 500 μ L 于 5 mL 容量瓶中，用甲醇定容，配制浓度为 100 μ g/mL 的标准工作溶液。储备液于 -18℃ 冷冻密封保存 6 个月。取出使用时，需恢复至室温

5.2.12 薄层层析板：高效硅胶 F254，100 mm×200 mm，涂层厚度 0.20 mm，使用前在 110℃ 烘箱中活化 1 h，置于干燥器中放冷至室温，备用。

5.2.13 展开剂：乙酸乙酯+正己烷（11+10，体积比）

5.2.14 显色剂 1：在冰水浴中一次向 90 mL 的无水乙醇（5.2.3）中加入 5 mL 浓硫酸（5.2.5）和 1 mL 无水乙酸（5.2.6），待混合均匀冷却后再向其中加入 5 mL 的茴香醛（5.2.7），混合均匀，待用。

5.2.15 显色剂 2：称取 20 mg 的四氮唑蓝（5.2.8）溶于 10 mL 甲醇（5.2.4），再加入 10 mL 12%NaOH 甲醇溶液（5.2.10），现用现配。

5.2.16 Oasis HLB¹⁾ 固相萃取小柱或相当者：60 mg，3 mL

注：¹⁾ Oasis HLB 固相萃取小柱是 Waters 公司产品的商品名称，给出这一信息是为了方便本标准的使用者。如果其他等效产品具有相同的效果，则可使用这些等效产品。

5.3 仪器设备

5.3.1 双槽层析缸

5.3.2 全自动薄层色谱点样系统或 20 μ L 微量注射器

5.3.3 玻璃喷雾器

5.3.4 电吹风

5.3.5 薄层色谱仪或 254 nm 紫外灯

5.3.6 薄层照像系统

5.3.7 加热板

其他仪器同 4.3

5.4 试样制备

5.4.1 非精油类化妆品

准确称取 0.5 g 样品（精确至 0.001 g）于 10 mL 具塞刻度离心管（4.2.18）中，先加入 4 mL 含 0.2% 乙酸的饱和氯化钠溶液（4.2.10）涡旋混匀后，再加 5 mL 含 0.2% 乙酸的乙腈（4.2.14），充分涡旋或震荡摇匀，后于 5000 r/min 离心 10 min。移取 4 mL 上层清液至 50 mL 离心管中，向提取液中准确加入 40 mL 水，混匀，加入亚铁氰化钾溶液（4.2.11）0.25 mL 混匀，加入乙酸锌溶液（4.2.12）0.25 mL，混匀，5000 r/min 离心 10 min，清液待固相萃取小柱净化。

Oasis HLB 固相萃取小柱（5.2.16）接上固相萃取装置，小柱上端紧密连接一 20 mL~50 mL 垫有滤纸的磨口漏斗（如无磨口漏斗也可通过多次上样实现），小柱预先依次用 5 mL 甲醇（5.2.4）、10 mL 水进行活化。将待净化的样品溶液倒入漏斗，经滤纸过滤后流经小柱，待样品溶液自然流尽后，用 10% 的乙腈水溶液 10 mL 清洗小柱，待清洗液自然流尽后，取下漏斗，用吸球吹出小柱中的残留溶液。在柱出口处接一

10 mL具塞玻璃离心管，用8 mL甲醇（5.2.4）淋洗小柱，待甲醇自然流尽后，用吸球吹出柱中残留甲醇。用氮气将洗脱液吹至近干后准确加入0.1 mL甲醇，混匀后用于点板。

5.4.2 精油类化妆品

准确称取0.5 g样品（精确至0.001 g）于10 mL具塞刻度离心管（4.2.18）中，先加入加4 mL含0.2%乙酸的乙腈（4.2.14）涡旋混匀后，再加入4 mL含0.2%乙酸的饱和氯化钠溶液（4.2.10），充分涡旋或震荡摇匀，后于5000 r/min离心10 min。移取上层清液至50 mL离心管中，向提取液中准确加入40 mL水，混匀，5000 r/min离心10 min，清液待固相萃取小柱净化。

固相萃取净化步骤按照5.4.1进行。

5.5 薄层层析

用薄层点样系统（或微量注射器）在距离薄层色谱板下端1.0 cm的位置点上20 μ L的点样液，同时在水平位置上点上20 μ L特征对照组糖皮质激素标准工作溶液（5.2.11）作为对照。同时点两张层析板。双槽层析缸中其中一槽加入适量展开剂（5.2.13），另一槽空置，把薄层层析板放入空槽一侧平衡30 min后，再放入有展开剂的槽中，按倾斜上行法展开约18.0 cm，从展开槽中取出薄层板，自然晾干，置于薄层照相系统（或紫外灯）254 nm下观察，用铅笔记录可疑点。然后将显色剂1（5.2.14）均匀喷雾在其中的一张层析板上，取出晾干，置于恒温加热板（105℃）上加热至斑点显色清晰，立即目视观察显色结果。再将显色剂2（5.2.15）均匀喷雾在另一张层析板上，立即直接目视观察显色结果。

105种糖皮质激素的参考 R_f 值、四氮唑蓝和茴香醛参考显色特征参见表4。

9种特征对照组糖皮质激素标准物质及实测样品的参考薄层色谱图参见附录C的图C.1。

注：显色结果需马上目视判断或在薄层照像系统（或紫外灯）254nm下观察。

5.6 结果判定

在紫外灯下观察，若无显色斑点，或虽有明显显色斑点，但经四氮唑蓝和茴香醛显色无斑点即可判定该样品中未检出糖皮质激素；

若样品中存在紫外灯下明显显色斑点，且经四氮唑蓝和茴香醛显色后出现特征显色斑点（四氮唑蓝或茴香醛其中之一显色即可），无论是否与特征对照组糖皮质激素或表4中糖皮质激素 R_f 值及显色特征相匹配，均初步判定为糖皮质激素阳性样品：如 R_f 值和显色特征与标准物质完全匹配（尤其显色特征明显的化合物），可基本判定添加的糖皮质激素种类；如 R_f 值和显色特征与标准物质有差异则不能判定具体的糖皮质激素种类。

所有薄层层析法检测结果为糖皮质激素阳性的样品，均需通过液相色谱串联质谱法进行最终确认。质谱确证重点关注表4中 R_f 值在显色斑点 R_f 值 $\pm 10\%$ 范围内的糖皮质激素。

注：糖皮质激素的 R_f 值及显色特征易受展开剂配制、环境温湿度、实验操作、显色剂质量、目标物浓度等条件影响，可能会与表4有比较明显的差异。具体需根据实验当时标准物质的 R_f 值和显色特征为准。 R_f 需要用实验条件下特征对照组糖皮质激素的 R_f 值与表4比对进行适当校准。

表4 105种糖皮质激素的参考 R_f 值、四氮唑蓝及茴香醛的参考显色特征

序号	化合物	R_f 值	四氮唑蓝显色	茴香醛显色	对应表2中序号
1.	曲安西龙环氧物	0.01			3
2.	氢化可的松琥珀酸酯	0.01			23
3.	泼尼松龙半琥珀酸酯	0.01			24
4.	甲基泼尼松龙琥珀酸酯	0.01			49
5.	曲安西龙	0.02			1
6.	21-去乙酰基地夫可特	0.03			40
7.	16 α -羟基泼尼松龙	0.04			2
8.	地夫可特	0.05			48
9.	帕拉米松	0.07			26
10.	氯泼尼醇	0.07			45
11.	泼尼松龙*	0.08			13
12.	泼尼松	0.09			5
13.	氟泼尼龙	0.09			9
14.	甲基泼尼松龙	0.09			29
15.	甲基泼尼松	0.10			18
16.	氢化可的松	0.11			12
17.	氟尼缩松	0.11			39
18.	地塞米松异烟酸酯	0.11			65
19.	6 β -羟基曲安奈德	0.12			4
20.	可的松	0.13			7
21.	6 α -甲基氢化可的松	0.13			30
22.	6 α -氟-异氟泼尼龙	0.15			6
23.	异氟泼尼松	0.15			8
24.	氟米松	0.15			16
25.	16 α -羟基泼尼松龙醋酸酯	0.17			11
26.	倍他米松	0.17			19
27.	地塞米松	0.17			22
28.	氟轻松	0.17			37
29.	双氟拉松	0.18			15
30.	氟氢可的松	0.19			10
31.	双氟拉松-17-丙酸酯	0.19			59
32.	迪普罗酮*	0.22			17
33.	曲安奈德	0.22			31
34.	氟氢缩松	0.22			43
35.	去羟米松	0.22			46
36.	泼尼松 17,21-双乙酸酯	0.23			21
37.	泼尼松醋酸酯	0.23			28
38.	地索奈德	0.23			41
39.	氯倍他索乙酸酯	0.23			64
40.	倍他米松丙酸酯	0.24			60
41.	氢化可的松丁酸酯	0.24			61

42.	氢化曲安奈德	0.25			44
43.	地塞米松戊酸酯	0.25			78
44.	泼尼松龙醋酸酯	0.27			35
45.	地塞米松 9,11-环氧	0.28			25
46.	倍氯米松	0.28			32
47.	氢化可的松戊酸酯	0.28			75
48.	倍他米松苯甲酸酯	0.28			92
49.	甲基泼尼松龙醋酸酯*	0.30			55
50.	布地奈德	0.30			69
51.	倍他米松戊酸酯	0.30			85
52.	可的松醋酸酯	0.31			36
53.	曲安西龙双醋酸酯	0.32			14
54.	卤美他松	0.32			38
55.	氟米龙醋酸酯	0.33			56
56.	氢化可的松醋酸酯	0.34			33
57.	脱氧可的松	0.34			34
58.	二氟拉松双醋酸酯	0.36			62
59.	氟米龙	0.37			42
60.	帕拉米松醋酸酯*	0.37			54
61.	去异丁基环索奈德	0.39			99
62.	甲基泼尼松龙乙丙酸酯	0.40			74
63.	甲泼尼松醋酸酯	0.42			51
64.	甲羟松	0.42			71
65.	氢化可的松醋丙酯*	0.43			63
66.	倍他米松醋酸酯	0.45			50
67.	氟轻松醋酸酯	0.45			66
68.	异氟泼尼松醋酸酯	0.46			20
69.	地塞米松醋酸酯	0.48			53
70.	氟氢可的松醋酸酯	0.49			27
71.	曲安奈德醋酸酯	0.53			67
72.	21-醋酸地索奈德	0.53			70
73.	双氟泼尼酯	0.54			68
74.	泼尼松龙醋酸戊酸酯	0.54			86
75.	双氟美松醋酸酯	0.56			47
76.	泼尼松龙丁醋酸酯	0.56			93
77.	阿氯米松双丙酸酯	0.58			73
78.	莫米他松糠酸酯	0.58			79
79.	泼尼松龙戊酸酯	0.58			83
80.	安西奈德*	0.58			88
81.	泼尼卡酯	0.59			82
82.	倍他米松双丙酸酯	0.61			91
83.	呋曲安奈德	0.63			101
84.	氯倍他索	0.64			52
85.	氢化可的松环戊丙酸酯*	0.65			102

86.	氯倍他索丙酸酯	0.66			76
87.	瑞美松龙	0.67			95
88.	氢化可的松丙丁酸酯	0.68			90
89.	倍氯米松双丙酸酯	0.68			96
90.	莫美他松	0.69			57
91.	氯替泼诺	0.69			80
92.	双氟拉松-21-丙酸酯	0.70			58
93.	哈西奈德	0.71			77
94.	倍他米松丁酸丙酸酯	0.72			98
95.	替可的松特戊酸酯*	0.74			84
96.	氯倍他松丁酸酯	0.74			89
97.	卤倍他索丙酸酯	0.75			72
98.	己曲安奈德	0.75			104
99.	双氟可龙戊酸酯	0.76			97
100.	氟替卡松丙酸酯	0.77			81
101.	氟米松特戊酸酯	0.80			87
102.	地塞米松特戊酸酯	0.80			94
103.	氯可托龙特戊酸酯	0.81			100
104.	环索奈德	0.81			105
105.	美替诺龙醋酸酯*	0.85			103

注：1) 带*的化合物用于配制特征对照组糖皮质激素标准溶液。

2) 受展开剂配制，环境温湿度，实验操作，显色剂质量等条件影响，糖皮质激素的 R_f 值及显色特征会有差异，以上 R_f 值及显色特征仅供参考，具体需根据实验当时标准物质的 R_f 值和显色特征为准。

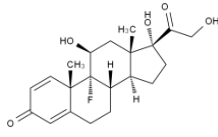
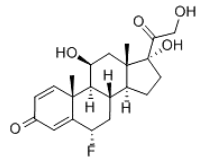
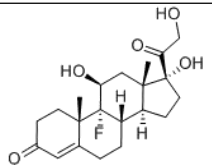
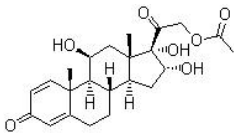
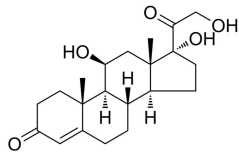
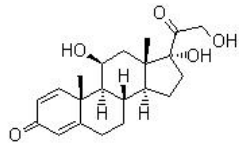
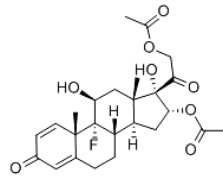
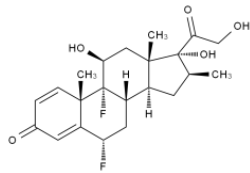
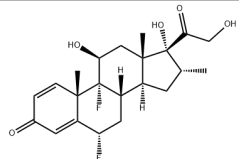
附 录 A
(资料性附录)

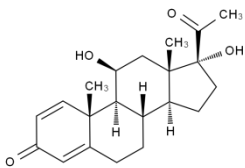
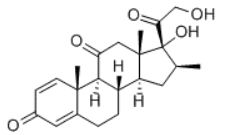
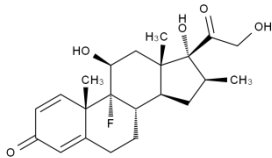
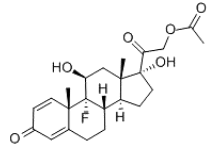
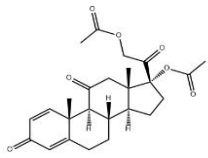
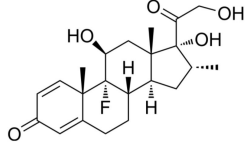
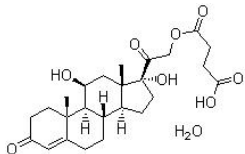
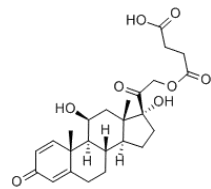
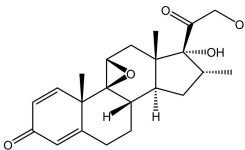
105 种糖皮质激素的信息表

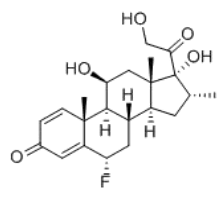
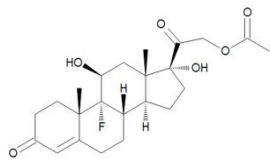
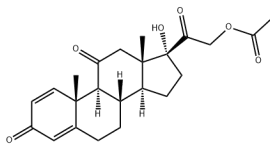
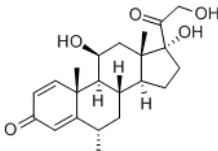
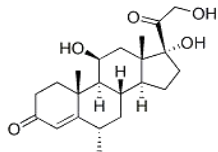
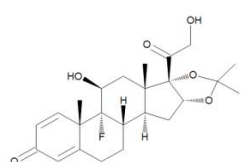
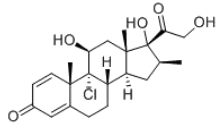
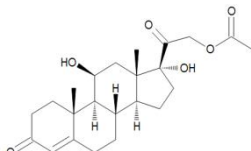
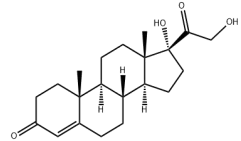
105 种糖皮质激素的中文名称、英文名称、CAS 号、分子式、结构式、相对分子质量参见表 A.1.

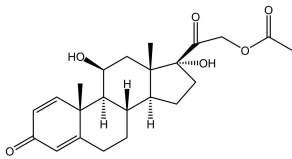
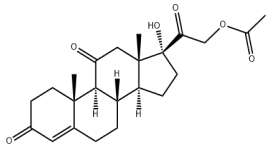
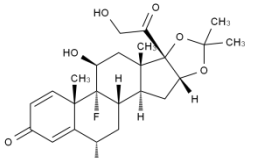
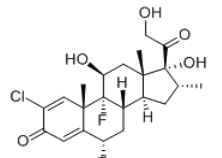
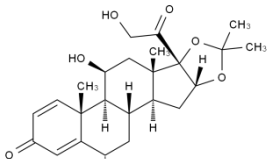
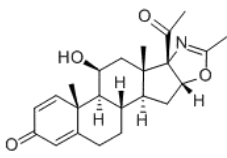
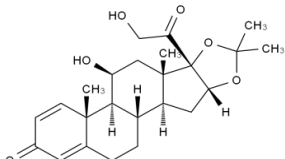
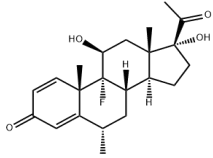
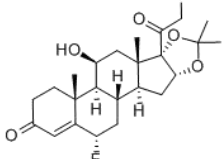
表 A.1 105 种糖皮质激素的信息表

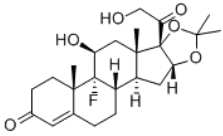
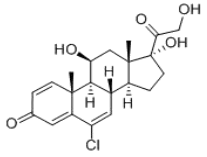
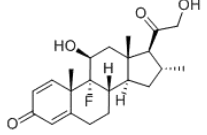
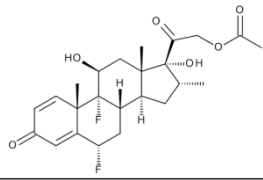
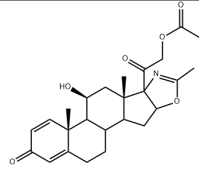
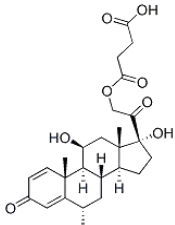
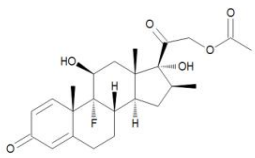
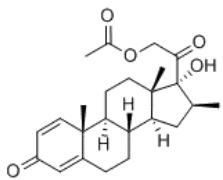
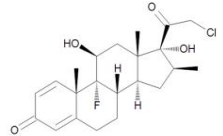
序号	中文名称	英文名称	CAS号	分子式	结构式	相对分子质量
1.	曲安西龙	Triamcinolone	124-94-7	$C_{21}H_{27}FO_6$		394.18
2.	16 α -羟基泼尼松龙	16 α -hydroxyprednisolone	13951-70-7	$C_{21}H_{28}O_6$		376.19
3.	曲安西龙环氧物	9,11 β -Epoxidetriamcinolone	215095-77-5	$C_{21}H_{26}O_6$		374.17
4.	6 β -羟基曲安奈德	6 β -Hydroxy triamcinolone acetonide	3869-32-7	$C_{24}H_{31}FO_7$		450.21
5.	泼尼松	Prednisone	53-03-2	$C_{21}H_{26}O_5$		358.18
6.	6 α -氟-异氟泼尼龙	6- α -Fluoro-isoflupredone	806-29-1	$C_{21}H_{26}F_2O_5$		396.17
7.	可的松	Cortisone	53-06-5	$C_{21}H_{28}O_5$		360.19

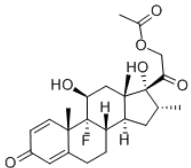
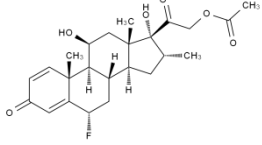
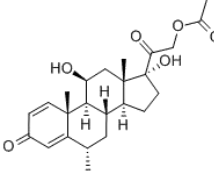
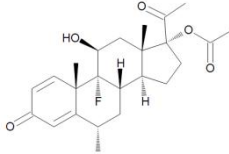
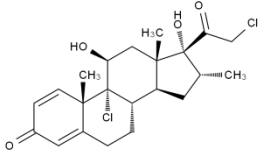
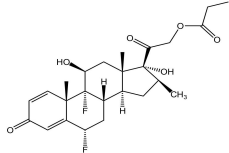
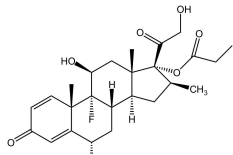
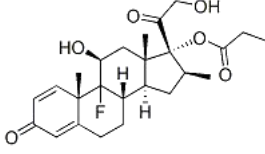
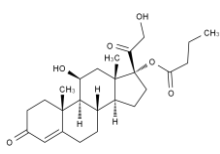
8.	异氟泼尼松	Isoflupredone	338-95-4	$C_{21}H_{27}FO_5$		378.18
9.	氟泼尼龙	Fluprednisolone	53-34-9	$C_{21}H_{27}FO_5$		378.18
10.	氟氢可的松	Fludrocortisone	127-31-1	$C_{21}H_{29}FO_5$		380.20
11.	16 α -羟基泼尼松龙 醋酸酯	16alpha-Hydroxyprednisolone acetate	86401-80-1	$C_{23}H_{30}O_7$		418.20
12.	氢化可的松	Hydrocortisone	50-23-7	$C_{21}H_{30}O_5$		362.21
13.	泼尼松龙	Prednisolone	50-24-8	$C_{21}H_{28}O_5$		360.19
14.	曲安西龙双醋酸酯	Triamcinolone diacetate	67-78-7	$C_{25}H_{31}FO_8$		478.20
15.	双氟拉松	Diflorasone	2557-49-5	$C_{22}H_{28}F_2O_5$		410.19
16.	氟米松	Flumethasone	2135-17-3	$C_{22}H_{28}F_2O_5$		410.19

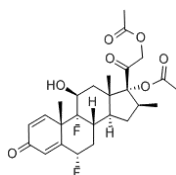
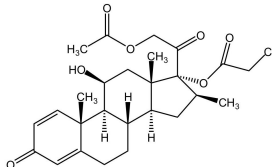
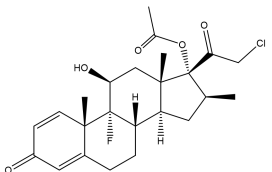
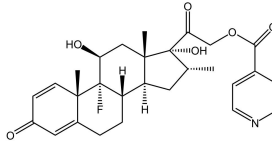
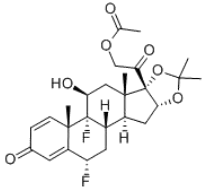
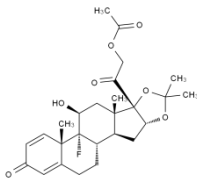
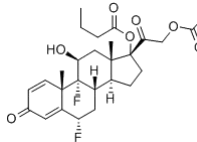
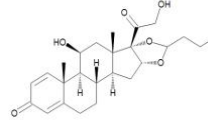
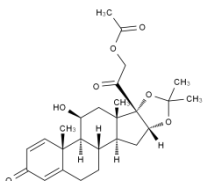
17.	迪普罗酮	Deprodnone	20423-99-8	$C_{21}H_{28}O_4$		344.20
18.	甲基泼尼松	Meprednisone	1247-42-3	$C_{22}H_{28}O_5$		372.19
19.	倍他米松	Betamethasone	378-44-9	$C_{22}H_{29}FO_5$		392.20
20.	异氟泼尼松醋酸酯	Isoflupredone acetate	338-98-7	$C_{23}H_{29}FO_6$		420.19
21.	泼尼松17,21-双乙酸盐	Prednisone 17, 21-diacetate	6677-19-6	$C_{25}H_{30}O_7$		442.5
22.	地塞米松	Dexamethasone	50-02-2	$C_{22}H_{29}FO_5$		392.20
23.	氢化可的松琥珀酸盐	Hydrocortisone hemisuccinate hydrate	83784-20-7	$C_{25}H_{36}O_9$		480.24
24.	泼尼松龙半琥珀酸盐	Prednisolone succinate	2920-86-7	$C_{25}H_{32}O_8$		460.21
25.	地塞米松9,11-环氧	Dexamethasone 9,11-epoxide	24916-90-3	$C_{22}H_{28}O_5$		372.19

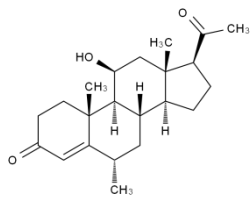
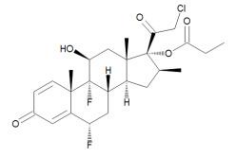
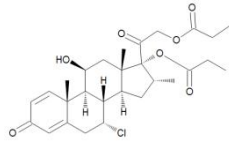
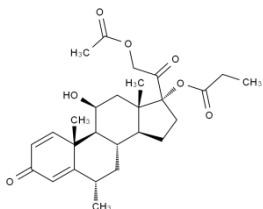
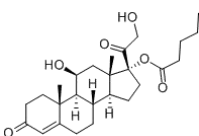
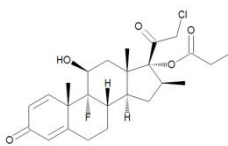
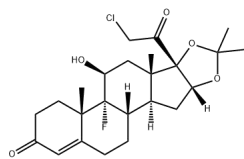
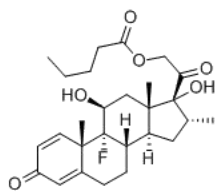
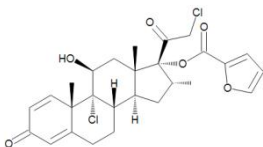
26.	帕拉米松	Paramethasone	53-33-8	$C_{22}H_{29}FO_5$		392.20
27.	氟氢可的松醋酸酯	Fludrocortisone acetate	514-36-3	$C_{23}H_{31}FO_6$		422.21
28.	泼尼松醋酸酯	Prednisone 21-acetate	125-10-0	$C_{23}H_{28}O_6$		400.19
29.	甲基泼尼松龙	Methylprednisolone	83-43-2	$C_{22}H_{30}O_5$		374.21
30.	6 α -甲基氢化可的松	6 α -Methylhydrocortisone	1625-39-4	$C_{22}H_{32}O_5$		376.23
31.	曲安奈德	Triamcinolone acetonide	76-25-5	$C_{24}H_{31}FO_6$		434.21
32.	倍氯米松	Beclomethasone	4419-39-0	$C_{22}H_{29}ClO_5$		408.17
33.	氢化可的松醋酸酯	Hydrocortisone acetate	50-03-3	$C_{23}H_{32}O_6$		404.22
34.	脱氧可的松	Cortexolone	152-58-9	$C_{21}H_{30}O_4$		346.21

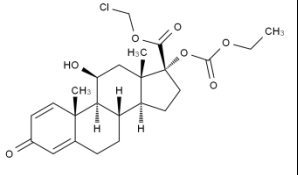
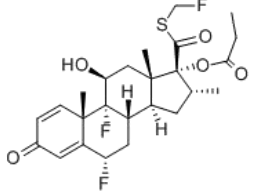
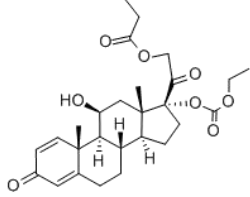
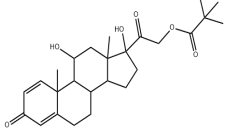
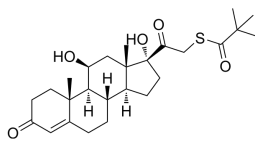
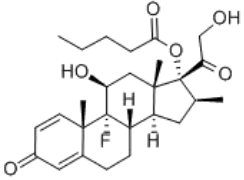
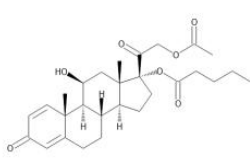
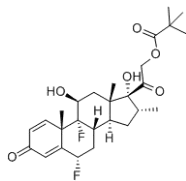
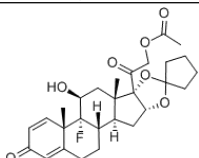
35.	泼尼松龙醋酸酯	Prednisolone-21-acetate	52-21-1	$C_{23}H_{30}O_6$		402.20
36.	可的松醋酸酯	Cortisone acetate	50-04-4	$C_{23}H_{30}O_6$		402.20
37.	氟轻松	Fluocinolone acetonide	67-73-2	$C_{24}H_{30}F_2O_6$		452.20
38.	卤美他松	Halometasone	50629-82-8	$C_{22}H_{27}ClF_2O_5$		444.15
39.	氟尼缩松	Flunisolide	3385-03-3	$C_{24}H_{31}FO_6$		434.21
40.	21-去乙酰基地夫可特	Deflazacort	13649-88-2	$C_{23}H_{29}NO_4$		383.21
41.	地索奈德	Desonide	638-94-8	$C_{24}H_{32}O_6$		416.22
42.	氟米龙	Fluorometholone	426-13-1	$C_{22}H_{29}FO_4$		376.21
43.	氟氢缩松	Flurandrenolide	1524-88-5	$C_{24}H_{33}FO_6$		436.23

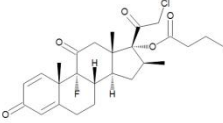
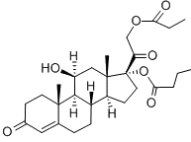
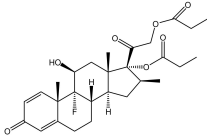
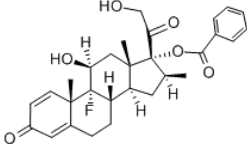
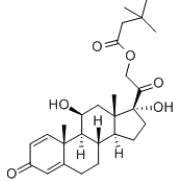
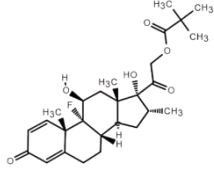
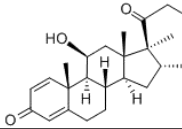
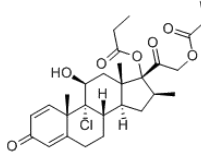
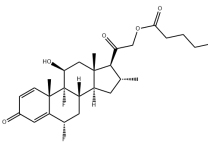
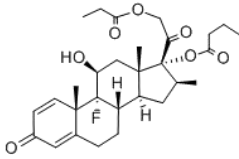
44.	氢化曲安奈德	9-Fluoro-16a,17-(isopropylidenedioxy)corticosterone	1524-86-3	$C_{24}H_{33}FO_6$		436.23
45.	氯泼尼醇	Cloprednol	5251-34-3	$C_{21}H_{25}ClO_5$		392.14
46.	去羟米松	Desoximetasone	382-67-2	$C_{22}H_{29}FO_4$		376.21
47.	双氟美松醋酸酯	Flumethasone-17-acetate	2823-42-9	$C_{24}H_{30}F_2O_6$		452.49
48.	地夫可特	Deflazacort	14484-47-0	$C_{25}H_{31}NO_6$		441.22
49.	甲基泼尼松龙琥珀酸酯	Methylprednisolone hemisuccinate	2921-57-5	$C_{26}H_{34}O_8$		474.23
50.	倍他米松醋酸酯	Betamethasone 21-acetate	987-24-6	$C_{24}H_{31}FO_6$		434.21
51.	甲泼尼松醋酸酯	Meprednisone acetate	1106-03-2	$C_{24}H_{30}O_6$		414.49
52.	氯倍他索	Clobetasol	25122-41-2	$C_{22}H_{28}ClFO_4$		410.91

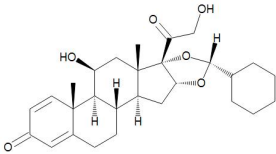
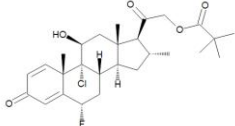
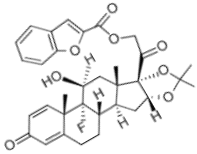
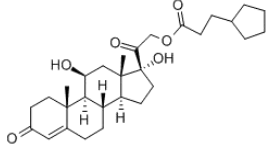
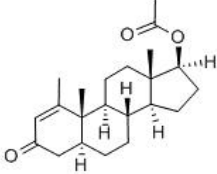
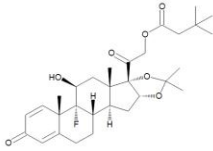
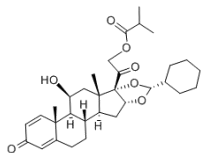
53.	地塞米松醋酸酯	Dexamethasone-17-acetate	1177-87-3	$C_{24}H_{31}FO_6$		434.21
54.	帕拉米松醋酸酯	Paramethasone acetate	1597-82-6	$C_{24}H_{31}FO_6$		434.21
55.	甲基泼尼松龙醋酸酯	Methylprednisolone acetate	53-36-1	$C_{24}H_{32}O_6$		416.22
56.	氟米龙醋酸酯	Eflone	3801-06-7	$C_{24}H_{31}FO_5$		418.22
57.	莫美他松	Mometasone	105102-22-5	$C_{22}H_{28}Cl_2O_4$		427.36
58.	双氟拉松-21-丙酸酯	Diflorasone 21-propionate	541502-98-1	$C_{25}H_{32}F_2O_6$		466.22
59.	双氟拉松-17-丙酸酯	Diflorasone 17-propionate	924726-89-6	$C_{25}H_{32}F_2O_6$		466.22
60.	倍他米松丙酸酯	Betamethasone 17-propionate	5534-13-4	$C_{25}H_{33}FO_6$		448.52
61.	氢化可的松丁酸酯	Hydrocortisone-17-butyrate	13609-67-1	$C_{25}H_{36}O_6$		432.25

62.	二氟拉松双醋酸酯	Diflorasone diacetate	33564-31-7	$C_{26}H_{32}F_2O_7$		494.21
63.	氢化可的松醋酸酯	Hydrocortisone	74050-20-7	$C_{26}H_{36}O_7$		460.25
64.	氯倍他索乙酸酯	Clobetasol acetate	25122-45-6	$C_{24}H_{30}ClFO_5$		452.95
65.	地塞米松异烟酸酯	Dexamethasone isonicotinate	2265-64-7	$C_{28}H_{32}FNO_6$		497.22
66.	氟轻松醋酸酯	Fluocinonide	356-12-7	$C_{26}H_{32}F_2O_7$		494.21
67.	曲安奈德醋酸酯	Triamcinolone acetonide 21-acetate	3870-07-3	$C_{26}H_{33}FO_7$		476.22
68.	双氟泼尼酯	Difluprednate	23674-86-4	$C_{27}H_{34}F_2O_7$		508.23
69.	布地奈德	Budesonide	51333-22-3	$C_{25}H_{34}O_6$		430.53
70.	地索奈德-21醋酸酯	Desonide 21-acetate	25092-25-5	$C_{26}H_{34}O_7$		458.54

71.	甲羟松	Medrysone	2668-66-8	$C_{22}H_{32}O_3$		344.24
72.	卤倍他索丙酸酯	Halobetasol propionate	66852-54-8	$C_{25}H_{31}ClF_2O_5$		484.18
73.	阿氯米松双丙酸酯	Alclometasone dipropionate	66734-13-2	$C_{28}H_{37}ClO_7$		521.04
74.	甲基泼尼松龙乙丙酸酯	Methylprednisolone aceponate	86401-95-8	$C_{27}H_{36}O_7$		472.25
75.	氢化可的松戊酸酯	Cortisol 17-valerate	57524-89-7	$C_{26}H_{38}O_6$		446.27
76.	氯倍他索丙酸酯	Clobetasol propionate	25122-46-7	$C_{25}H_{32}ClFO_5$		466.19
77.	哈西奈德	Halcinonide	3093-35-4	$C_{24}H_{32}ClFO_5$		454.19
78.	地塞米松戊酸酯	Dexamethasone valerate	33755-46-3	$C_{27}H_{37}FO_6$		476.26
79.	莫米他松糠酸酯	Mometasone furoate	83919-23-7	$C_{27}H_{30}Cl_2O_6$		521.43

80.	氯替泼诺	Loteprednol	82034-46-6	$C_{24}H_{31}ClO_7$		466.18
81.	氟替卡松丙酸酯	Fluticasone propionate	80474-14-2	$C_{25}H_{31}F_3O_5S$		500.18
82.	泼尼卡酯	Prednicarbate	73771-04-7	$C_{27}H_{36}O_8$		488.24
83.	泼尼松龙特戊酸酯	Prednisolone 21-trimethylacetate	1107-99-9	$C_{26}H_{36}O_6$		444.25
84.	替可的松特戊酸酯	Tixocortol pivalate	55560-96-8	$C_{26}H_{38}O_5S$		462.24
85.	倍他米松戊酸酯	Betamethasone 17-valerate	2152-44-5	$C_{27}H_{37}FO_6$		476.26
86.	泼尼松龙醋酸戊酸酯	Prednisolone 17-valerate 21-acetate	72064-79-0	$C_{28}H_{38}O_7$		486.26
87.	氟米松特戊酸酯	Flumethasone 21-pivalate	2002-29-1	$C_{27}H_{36}F_2O_6$		494.25
88.	安西奈德	Amcinonide	51022-69-6	$C_{28}H_{35}FO_7$		502.24

89.	氯倍他松丁酸酯	Clobetasone butyrate	25122-57-0	$C_{26}H_{32}ClFO_5$		478.19
90.	氢化可的松丙丁酸酯	Hydrocortisone Butyrate Propionate	72590-77-3	$C_{28}H_{40}O_7$		488.28
91.	倍他米松双丙酸酯	Betamethasone 17,21-dipropionate	5593-20-4	$C_{28}H_{37}FO_7$		504.25
92.	倍他米松苯甲酯	Betamethasone benzoate	22298-29-9	$C_{29}H_{33}FO_6$		496.23
93.	泼尼松龙丁醋酸酯	Prednisolone tebutate	7681-14-3	$C_{27}H_{38}O_6$		458.27
94.	地塞米松特戊酸酯	Dexamethasone 21-pivalate	1926-94-9	$C_{27}H_{37}FO_6$		476.58
95.	瑞美松龙	Rimexolone	49697-38-3	$C_{24}H_{34}O_3$		370.25
96.	倍氯米松双丙酸酯	Beclomethasone dipropionate	5534-09-8	$C_{28}H_{37}ClO_7$		521.04
97.	双氟可龙戊酸酯	Diflucortolone valerate	59198-70-8	$C_{27}H_{36}F_2O_5$		478.25
98.	倍他米松丁酸丙酸酯	Betamethasone butyrate propionate	5534-02-1	$C_{29}H_{39}FO_7$		518.61

99.	去异丁基环索奈德	Desisobutyryl ciclesonide	161115-59-9	$C_{28}H_{38}O_6$		470.27
100.	氯可托龙特戊酸酯	Clocortolone pivalate	34097-16-0	$C_{27}H_{36}ClFO_5$		495.02
101.	呋曲安奈德	Triamcinolone furetonide	4989-94-0	$C_{33}H_{35}FO_8$		578.23
102.	氢化可的松环戊丙酸酯	Hydrocortisone cypionate	508-99-6	$C_{29}H_{42}O_6$		486.30
103.	美替诺龙醋酸酯	Methenolone acetate	434-05-9	$C_{22}H_{32}O_3$		344.49
104.	己曲安奈德	Triamcinolone hexacetonide	5611-51-8	$C_{30}H_{41}FO_7$		532.28
105.	环索奈德	Ciclesonide	126544-47-6	$C_{32}H_{44}O_7$		540.31

附 录 B
(资料性附录)
105 种糖皮质激素的质谱图

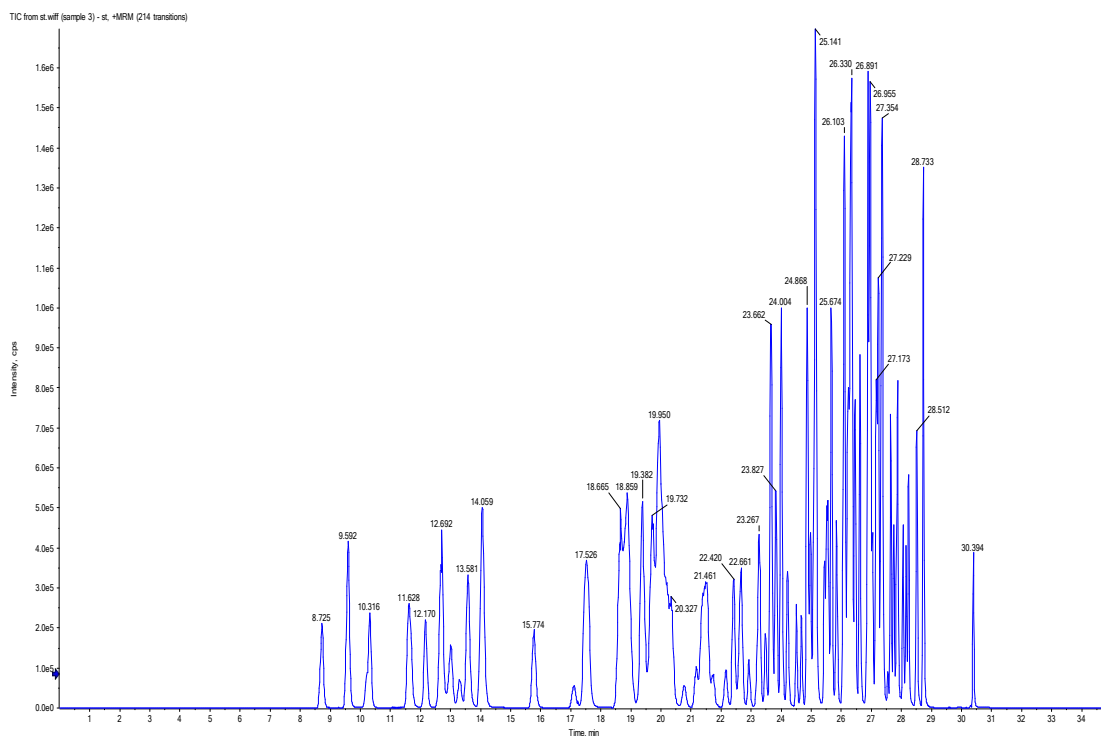


图 B.1 105 种糖皮质激素的总离子流 (TIC) 质谱图

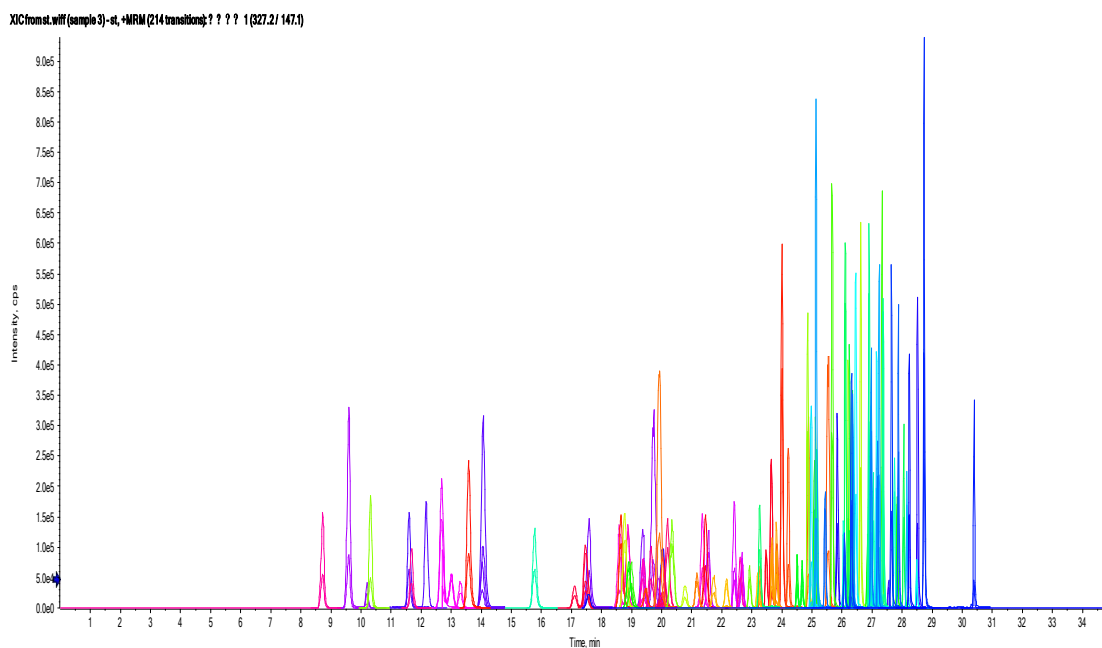
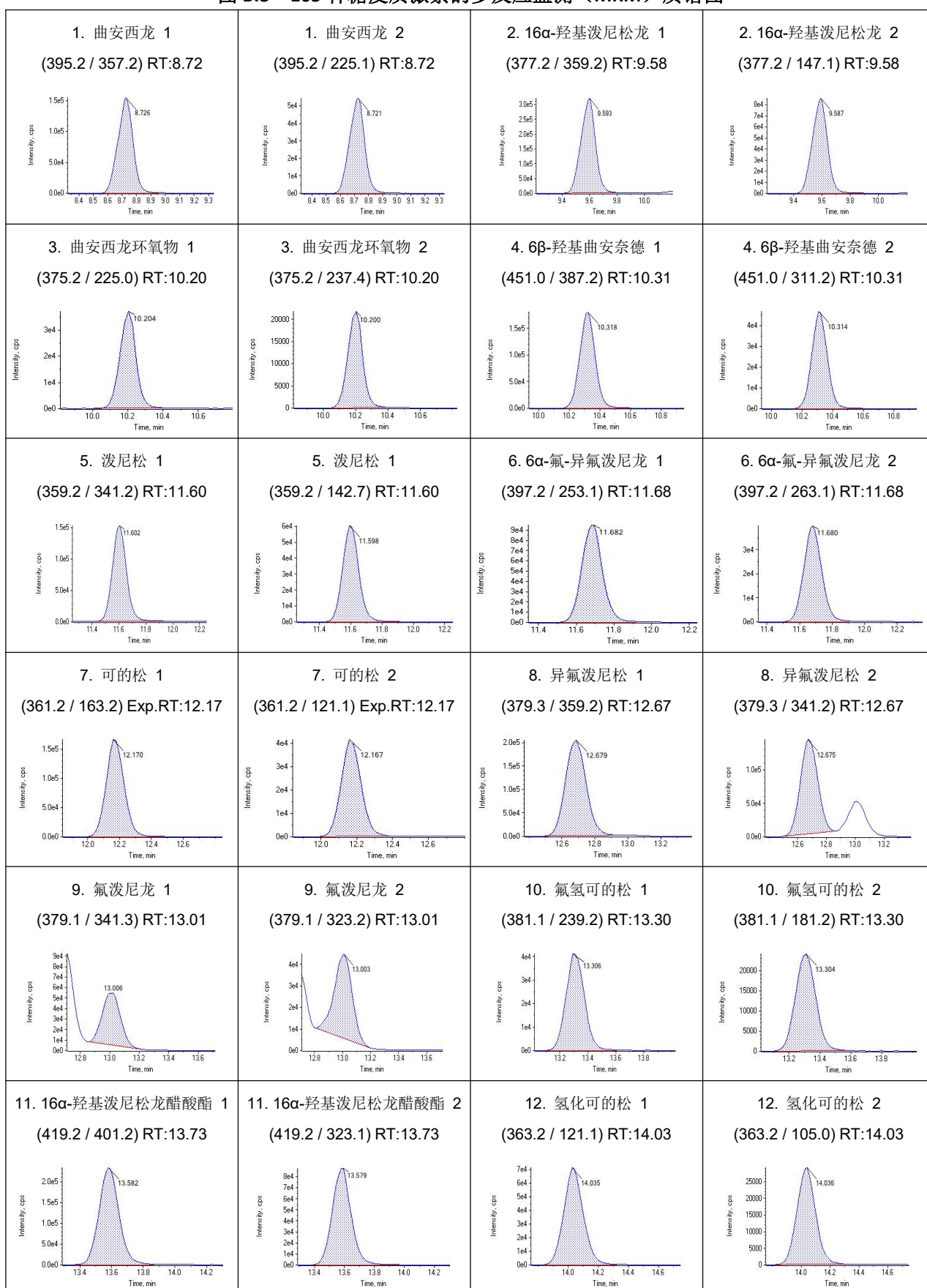
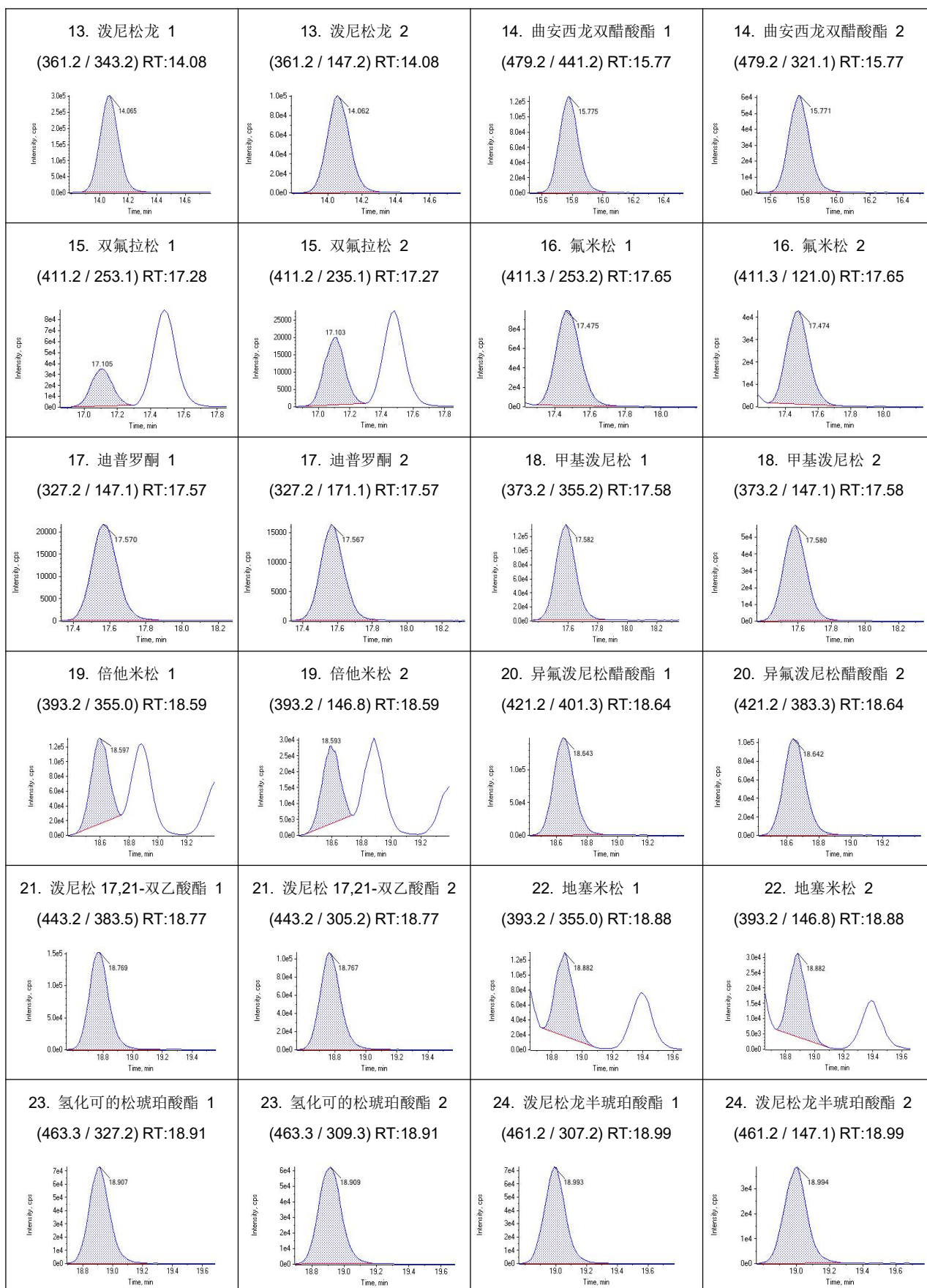
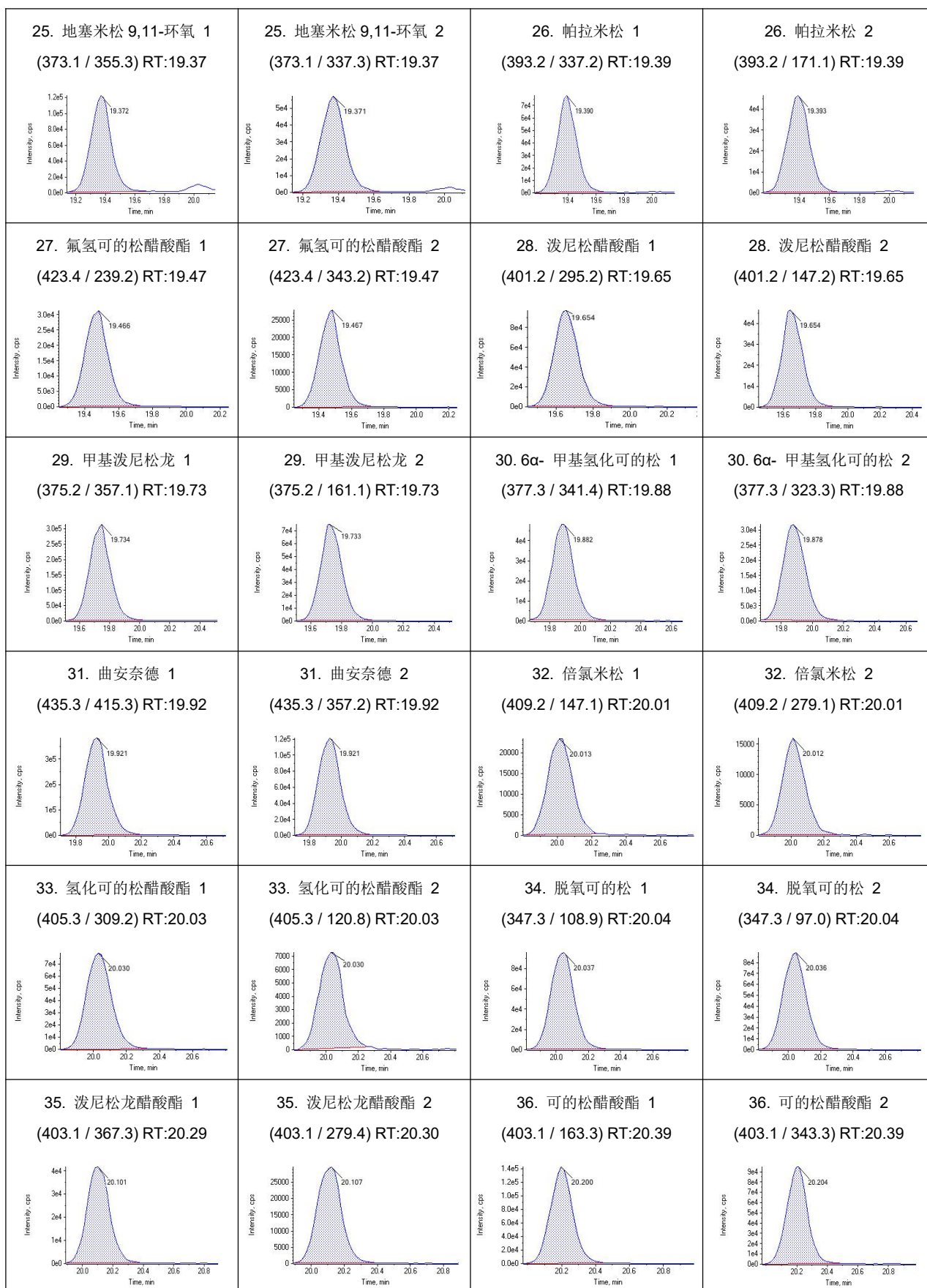


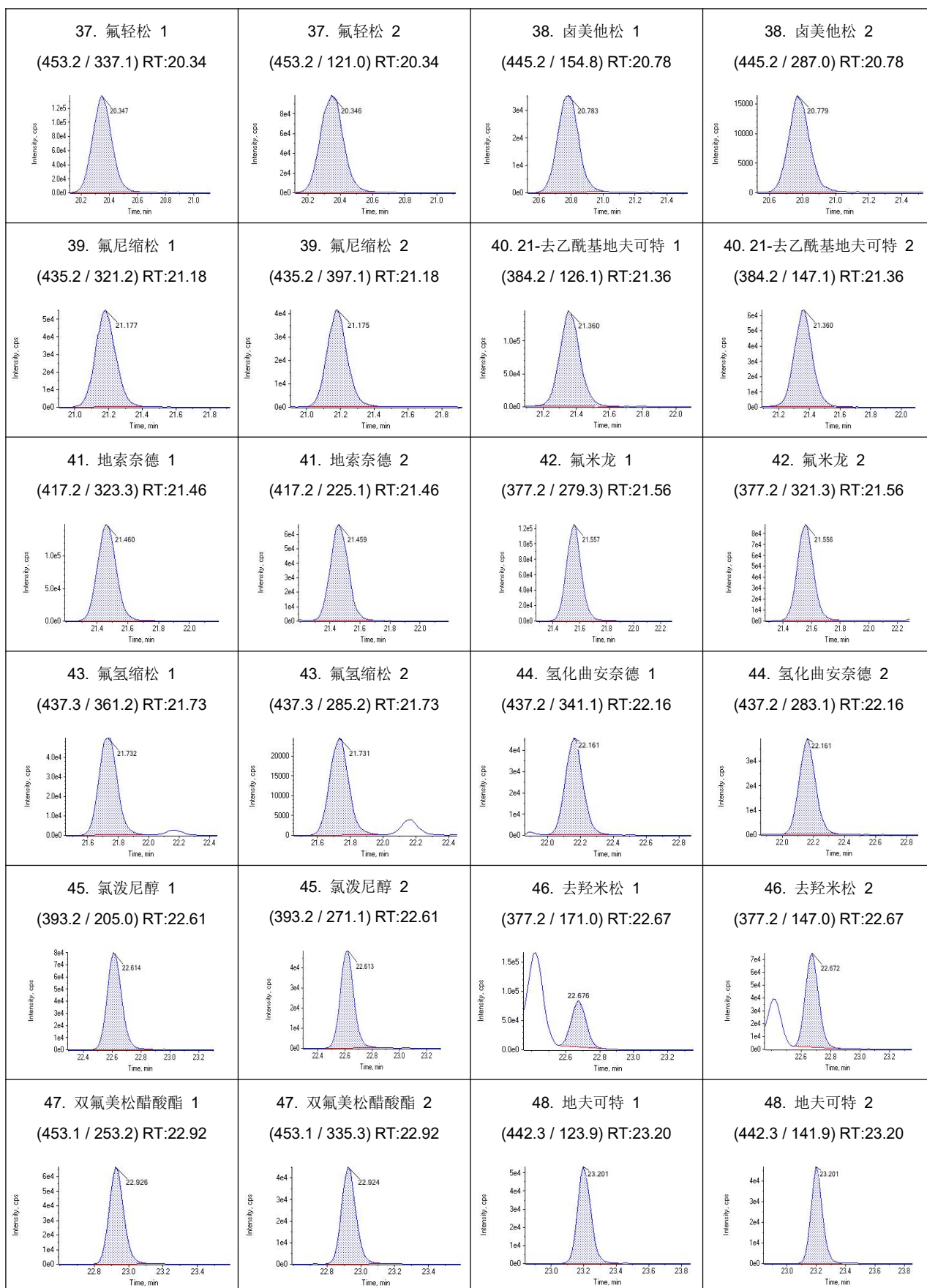
图 B.2 105 种糖皮质激素的提取离子流 (XIC) 质谱图

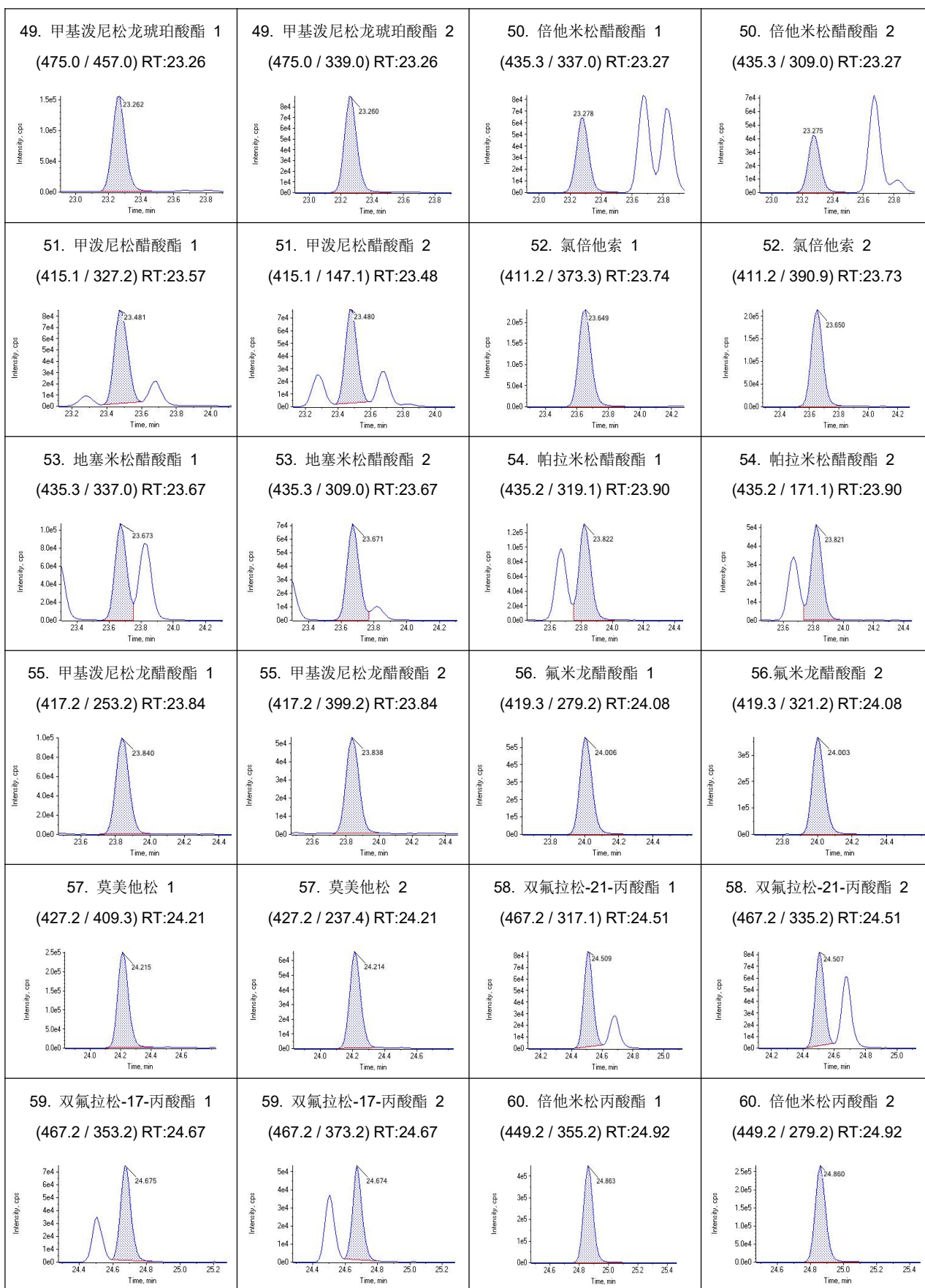
图 B.3 105 种糖皮质激素的多反应监测 (MRM) 质谱图

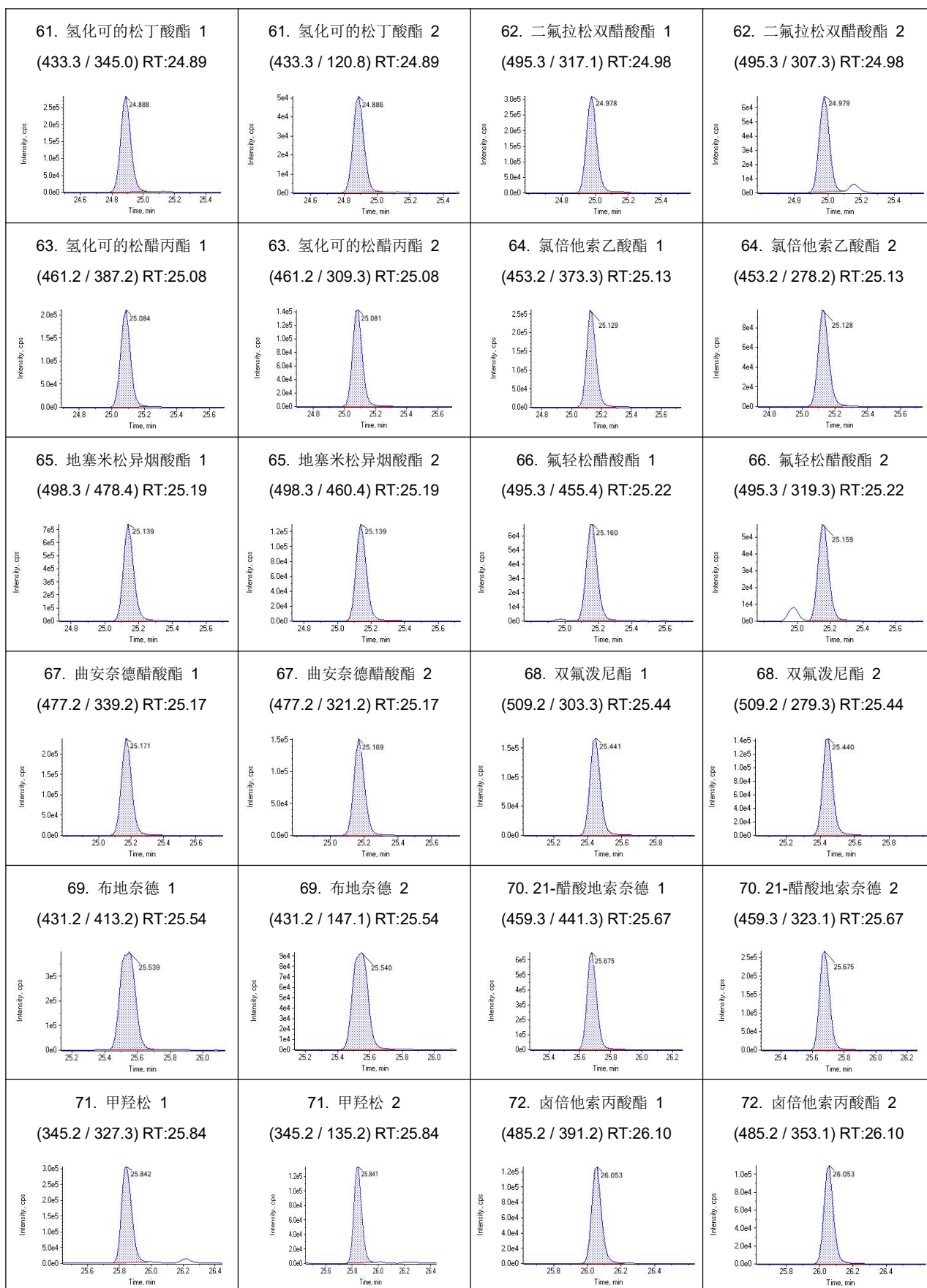


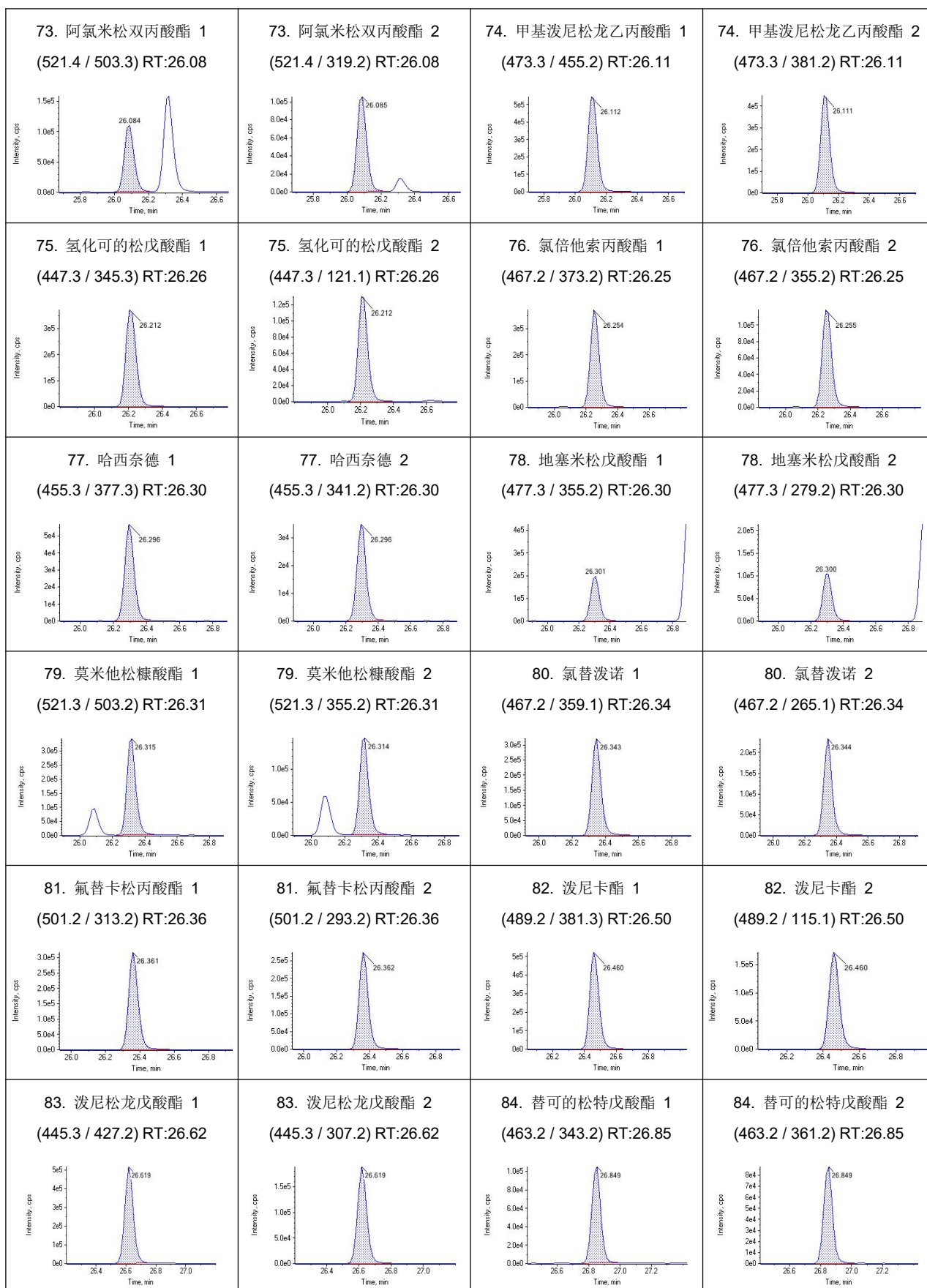


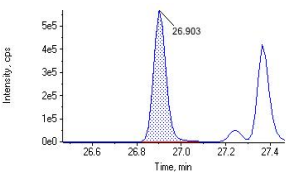
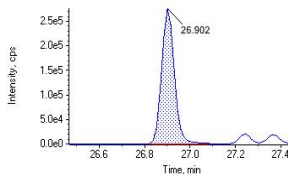
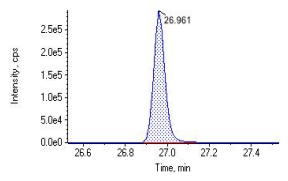
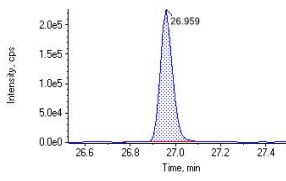
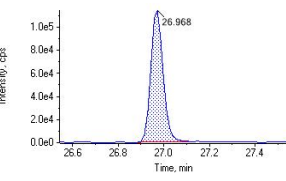
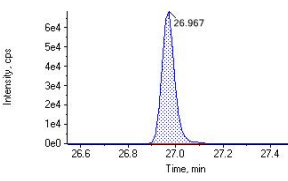
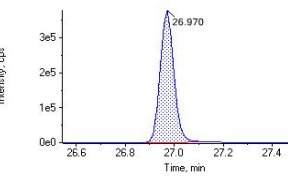
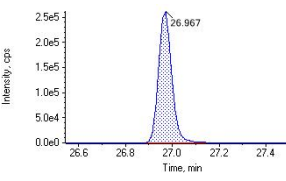
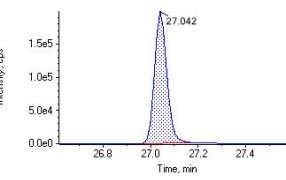
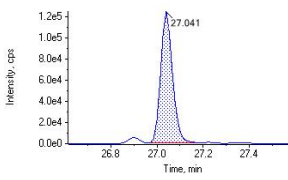
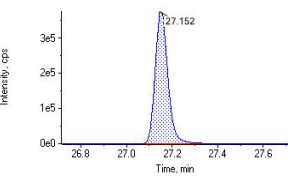
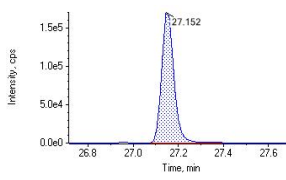
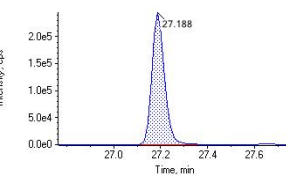
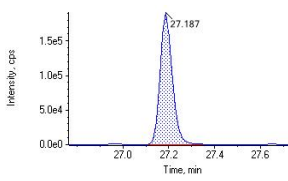
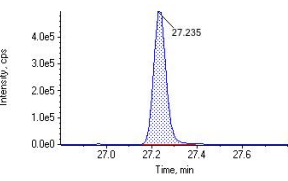
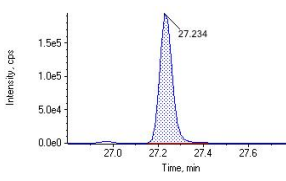
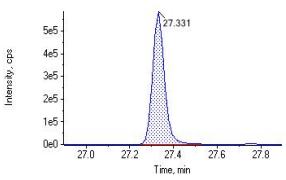
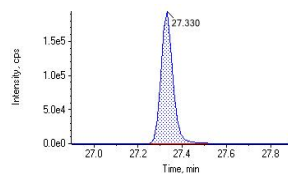
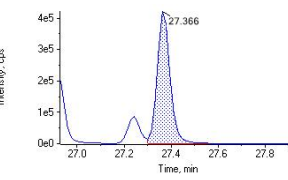
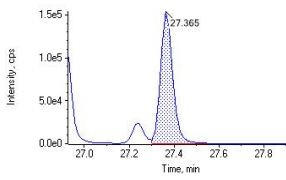
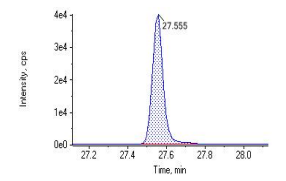
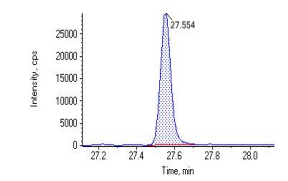
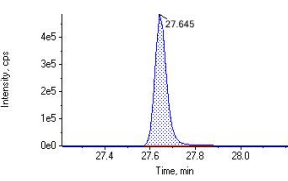
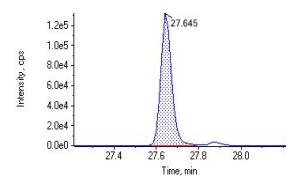


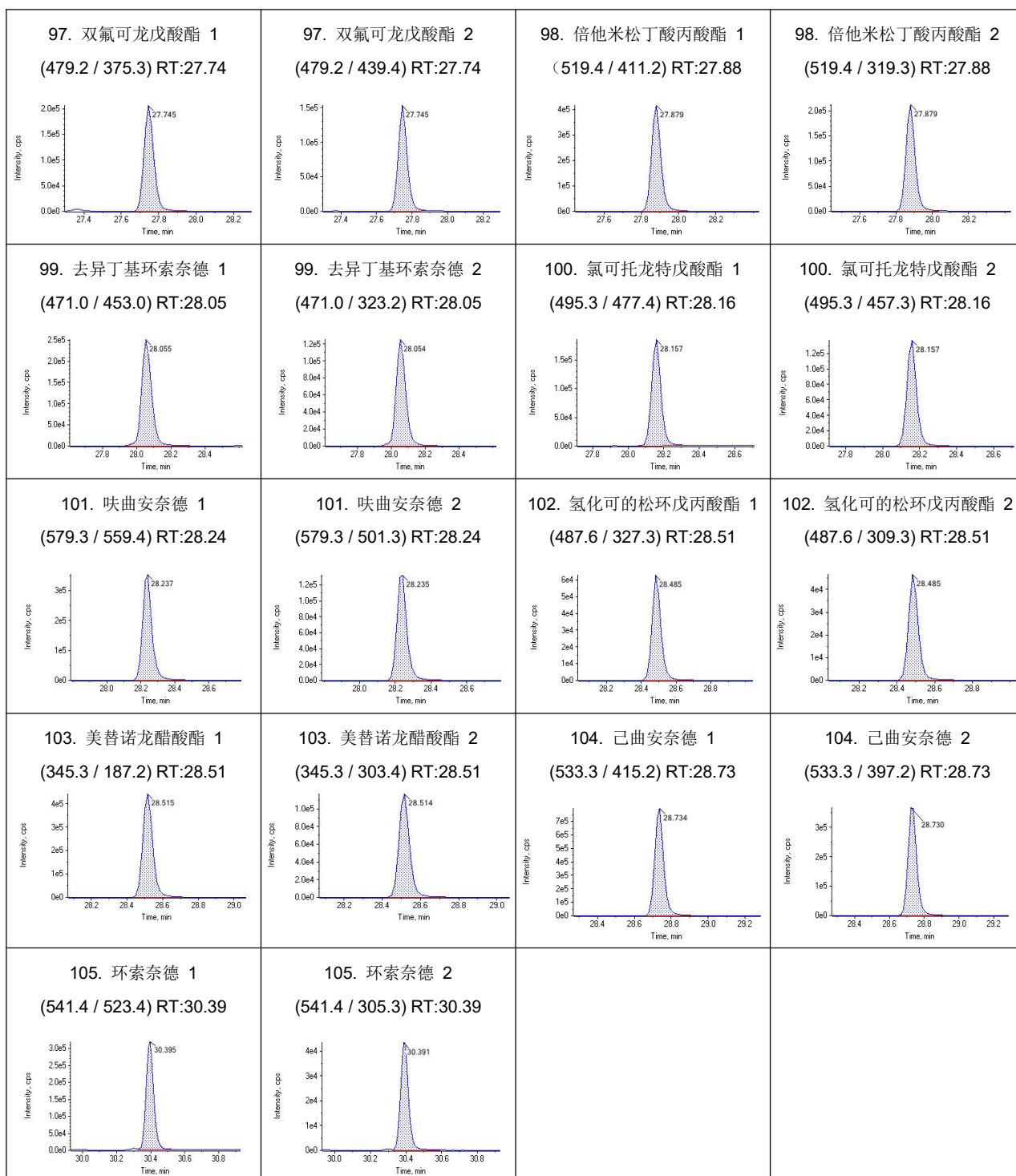






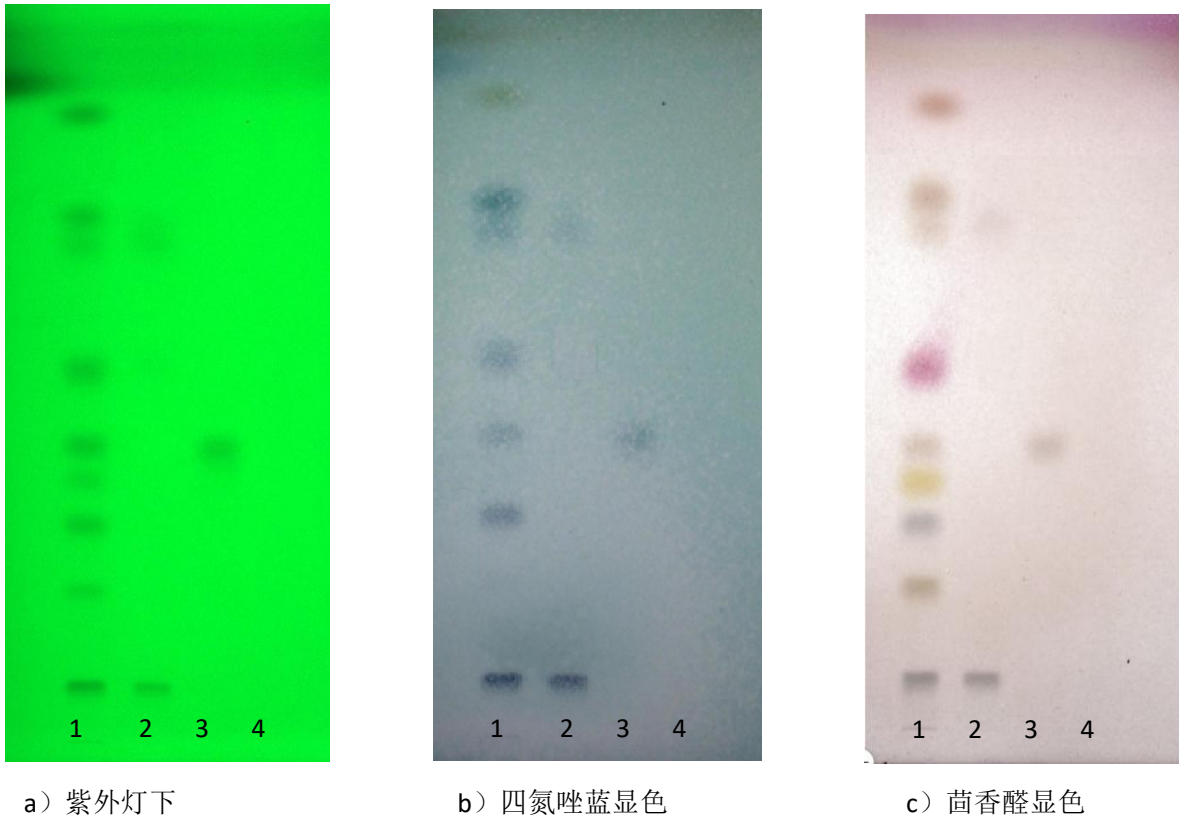


85. 倍他米松戊酸酯 1 (477.2 / 355.3) RT:26.94 	85. 倍他米松戊酸酯 2 (477.2 / 279.3) RT:26.94 	86. 泼尼松龙醋酸戊酸酯 1 (487.2 / 367.3) RT:26.99 	86. 泼尼松龙醋酸戊酸酯 2 (487.2 / 469.3) RT:26.99 
87. 氟米松特戊酸酯 1 (495.4 / 477.4) RT:26.97 	87. 氟米松特戊酸酯 2 (495.4 / 373.3) RT:26.97 	88. 安西奈德 1 (503.4 / 483.3) RT:26.97 	88. 安西奈德 2 (503.4 / 399.3) RT:26.97 
89. 氯倍他松丁酸酯 1 (479.3 / 343.2) RT:27.04 	89. 氯倍他松丁酸酯 2 (479.3 / 279.2) RT:27.04 	90. 丙丁酸氢化可的松 1 (489.4 / 401.4) RT:27.19 	90. 丙丁酸氢化可的松 2 (489.4 / 327.3) RT:27.19 
91. 倍他米松双丙酸酯 1 (505.3 / 319.2) RT:27.19 	91. 倍他米松双丙酸酯 2 (505.3 / 279.1) RT:27.19 	92. 倍他米松苯甲酸酯 1 (497.3 / 355.3) RT:27.27 	92. 倍他米松苯甲酸酯 2 (497.3 / 337.2) RT:27.26 
93. 泼尼松龙丁醋酸酯 1 (459.3 / 441.2) RT:27.33 	93. 泼尼松龙丁醋酸酯 2 (459.3 / 307.2) RT:27.33 	94. 地塞米松特戊酸酯 1 (477.3 / 355.1) RT:27.40 	94. 地塞米松特戊酸酯 2 (477.3 / 337.1) RT:27.40 
95. 瑞美松龙 1(353.2 / 121.1) Exp.RT:27.55 	95. 瑞美松龙 2(353.2 / 173.1) Exp.RT:27.55 	96. 倍氯米松双丙酸酯 1 (521.1 / 503.2) RT:27.65 	96. 倍氯米松双丙酸酯 2 (521.1 / 319.2) RT:27.65 



附 录 C
(资料性附录)

特征对照组糖皮质激素标准物质及实测样品薄层层析色谱图



注) 1 为 9 种特征对照组糖皮质激素标准物质，2、3 为阳性样品，4 为阴性样品

图 C.1 特征对照组糖皮质激素标准物质及实测样品薄层层析色谱图