

基于在线变相聚焦 SFE-SFC-MS/MS 系统分析化妆品中 114 种禁用物质

LCMSMS-883

摘要: 基于在线变相聚焦 SFE-SFC 系统与 LCMS-8050 联用,建立了化妆品中禁用物质分析方法。该方法集提取、纯化、分离和检测于一体,可在 33 min 内对化妆品中 114 种禁用物质进行检测。开发的变相聚焦技术通过将 CO₂ 从超临界态转变为气态,使萃取物堆积在色谱柱头,防止分析物扩散并提高灵敏度。并且在分析含水样品时通过向萃取罐中加入吸附剂,以减少基质干扰。与常规在线 SFE-SFC 相比,该方法分别改善了保湿水和面膜基质中 93 和 87 种目标物的基质效应,同时减少了样品损失,灵敏度高,检出限为 0.00104 µg/L ~ 3.09 µg/L。此外,与已报道的其他绿色方法相比,在线方法在自动化程度、效率、样品量和废物产生量等方面具有显著优势。

关键词: 在线 SFE-SFC 三重四极杆质谱 禁用物质 化妆品

技术特点:

- ❖ 应用变相聚焦 (phase transition trapping, PTT) 策略,显著改善在线 SFE-SFC 系统中大体积进样导致的峰展宽问题。
- ❖ 加入吸附剂进行选择性萃取,解决了 CO₂ 与水不兼容的问题,可以分析含水样品。
- ❖ 在线系统减少了样品损失,灵敏度高,绿色高效,适合复杂样品中痕量物质的分析。

开发绿色高效一体化的分析方法是当前分析领域的前沿课题。由于超临界二氧化碳 (sc-CO₂) 的独特性质,在线超临界流体萃取-超临界流体色谱 (SFE-SFC) 发展迅速,在许多领域得到了广泛应用。然而,它仍然面临着一些挑战,如峰展宽和基质效应。为了解决这一问题,我们基于岛津的 Nexera UC 系统和 LCMS-8050 质谱建立了在线变相聚焦-选择性超临界流体萃取-超临界流体色谱-串联质谱 (PTT-

SSFE-SFC-MS/MS) 方法。该方法以 CO₂ 为绿色溶剂,采用变相聚焦策略将分析物堆积在色谱柱上,实现了全体积进样,提高了灵敏度。通过在萃取罐中添加吸附剂,同时完成超临界流体萃取和纯化,减少了基质干扰,实现了水样的直接分析。将建立的方法用于化妆品中 114 种违禁物质的测定,包括激素、抗菌药、农残、抗组胺药、β 受体激动剂、驱虫药、抗凝药、抗溃疡药、抗肿瘤药、利尿剂等 10 大类。

实验部分

1.1 仪器

岛津 Nexera UC+LCMS-8050,配置信息如下:

二氧化碳泵 : LC-30AD SF
补充液泵 : LC-20AD XR
自动进样器 : SIL-30AC
系统控制器 : CBM-20A
质谱仪 : LCMS-8050

改性剂泵 : LC-20AD XR
萃取单元 : SFE-30A
柱温箱 : CTO-20AC
背压调节器 : SFC-30A×2
色谱工作站 : LabSolutions Ver. 5.99

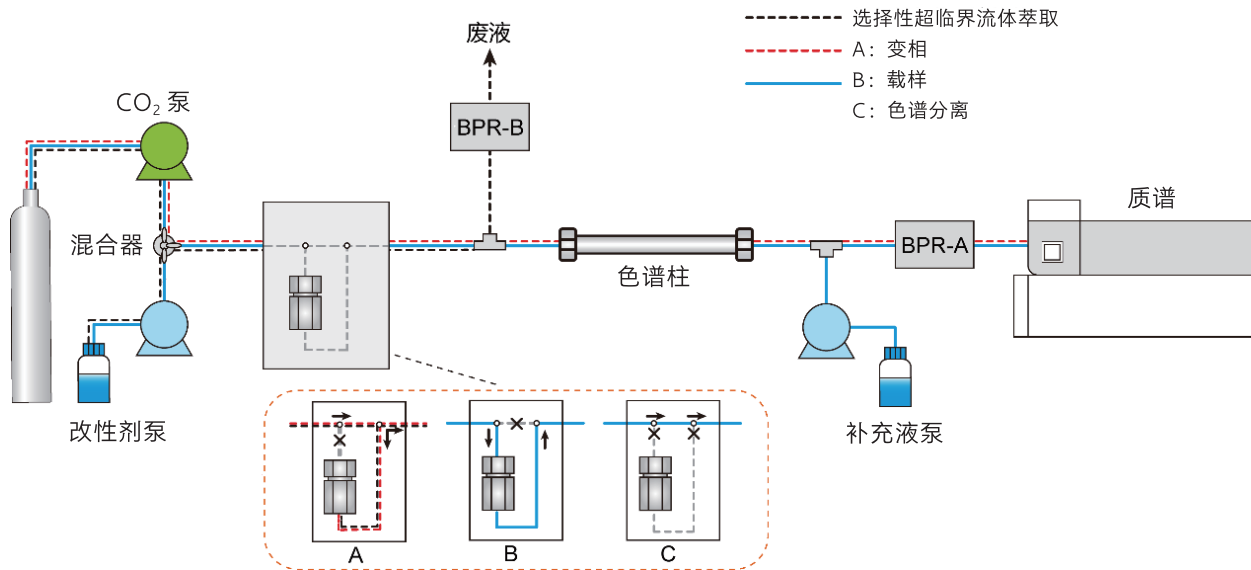


图 1 在线变相聚焦 SFE-SFC-MS/MS 系统（简称在线 PTT-SSFE-SFC 系统）流程图

如图 1 所示，在线 PTT-SSFE-SFC-MS/MS 包括四个步骤：

1、选择性超临界流体萃取（黑色虚线）：依次向萃取罐中加入吸附剂和化妆品样品。在 SSFE 过程中，吸附剂吸收了样品中的杂质和水分。当萃取溶剂充满容器时，多余的溶剂通过 BPR-B 排出。

2、相变（红色虚线）：改性泵停止输送甲醇，BPR-A 关闭。此时，CO₂ 从超临界状态转变为气态，并充满色谱柱。

3、载样和色谱分离（蓝色实线）：萃取溶剂将所有提取物从萃取罐转移到色谱柱。由于系统压力需要 1.5 min 才能恢复到设定值，因此色谱柱中的气态 CO₂ 并没有立即过渡到超临界状态。因此，目标物可以堆积在色谱柱头。之后进行色谱分离（蓝色实线）。流动相没有流经萃取单元，而是直接进入色谱柱，对目标物进行梯度洗脱。

4、串联质谱对所有分析物进行检测。

1.2 分析条件

液相条件

色 谱 柱： Shim-pack UC-X RP (150 mm x 2.1 mm I.D., 3 μm, 岛津（上海）实验器材有限公司, P/N:227-30400-03)

流 动 相： A-CO₂; B- 甲醇

温 度： 萃取 35°C; 柱温 35°C

进样体积： 5 μL

洗脱模式： 梯度洗脱，B 相起始浓度为 5%，时间程序如表 1 所示。

表 1 在线 PTT-SSFE-SFC 方法的时间程序

时间 (min)	单元	处理命令	值
0.01	泵	B.Conc	5
0.01	超临界控制器 A	BPR Press.	40
0.01	超临界控制器 B	BPR Press.	20
0.01	泵	T.Flow	1
4	泵	B.Conc	5

4	超临界控制器 A	BPR Press.	20
4	泵	T.Flow	1
4.01	泵	B.Conc	0
4.01	超临界控制器 B	BPR Press.	40
4.01	超临界控制器 A	BPR Press. Control	Off
4.01	SFE	Extraction Valve	Static
4.01	泵	T.Flow	0.4
7	泵	B.Conc	0
7	超临界控制器 A	BPR Press.	20
7	超临界控制器 A	BPR Press. Control	On
7	泵	T.Flow	0.4
7.01	泵	B.Conc	5
7.01	超临界控制器 A	BPR Press.	20
7.01	超临界控制器 B	BPR Press.	40
7.01	SFE	Extraction Valve	Dynamic
7.01	泵	T.Flow	1.2
10	泵	B.Conc	5
10	SFE	End	
10	泵	T.Flow	1.2
10.01	泵	B.Conc	10
10.01	泵	T.Flow	1
25	泵	B.Conc	30
27.5	泵	B.Conc	30
27.51	泵	B.Conc	100
27.51	泵	Shut Off Valve(Pump A)	Close
27.51	SFE	Wash	
29.5	泵	B.Conc	100
29.5	泵	Shut Off Valve(Pump A)	Open
29.5	泵	T.Flow	1
29.51	泵	B.Conc	10
29.51	泵	T.Flow	0
30	泵	Shut Off Valve(Pump A)	Open(Pump On)
30	泵	T.Flow	0
30.01	SFE	Extraction Valve	Static
30.01	泵	T.Flow	1
33	控制器	Stop	33

质谱条件

离子源 : ESI(+,-)	接口温度 : 300°C
加热块温度 : 350°C	D L 温度 : 250°C
雾化气流速 : 3.0 L/min	加热块温度 : 400°C
干燥气流速 : 10.0 L/min	加热气流速 : 10.0 L/min
扫描模式 : MRM (具体参数见附表)	

■ 样品预处理

面膜和保湿水取自市售化妆品, 分别以 1:2 和 1:1 的比例与甲醇稀释, 作为空白基质。萃取前, 将 0.03 g TiO₂ 加入到 200 μL 的不锈钢萃取罐中。然后, 用移液枪吸取 5 μL 混合标准品或加标化妆品样品滴加在吸附剂上。为了避免吸附剂堵塞管路, 在萃取罐两侧各放置一张亲水性聚四氟乙烯 (PTFE) 滤膜。

■ 结果与讨论

3.1 标准溶液色谱图

在线 PTT-SSFE-SFC 系统在 33 min 内完成对 114 种化妆品禁用物质的良好分离, 色谱图见图 2, 具体化合物信息参考附表。

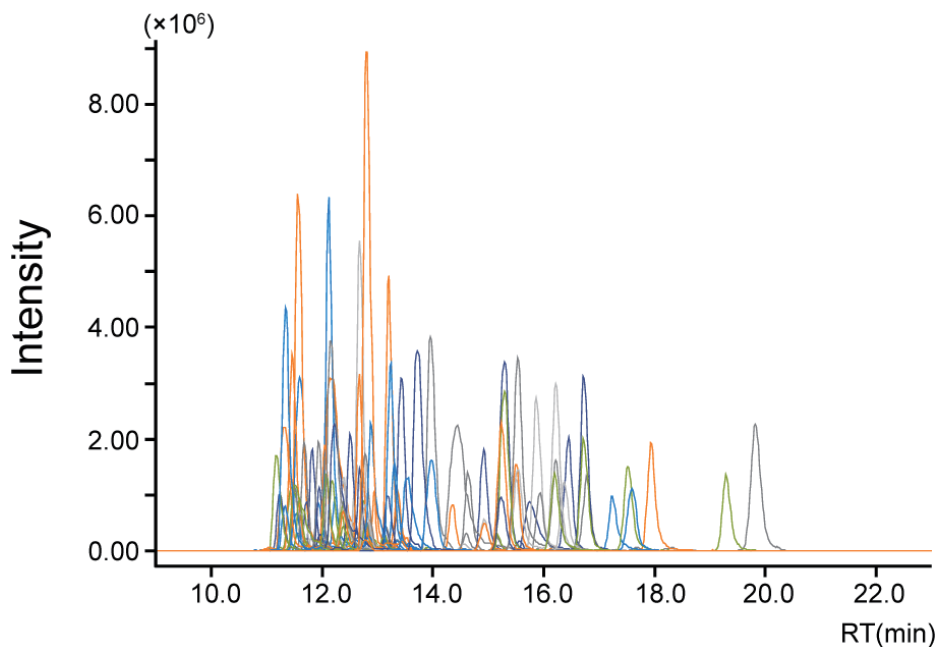


图 2 在线 PTT-SSFE-SFC 系统的标准溶液 MRM 色谱图

3.2 变相聚焦效果

如图 3 所示, PTT 策略明显改善了分析物的峰形, 获得了尖锐的对称峰。此外, 不仅弱保留分析物 (R.T.=13.2-17.5 min) 的峰形得到了明显改善, 强保留目标物 (R.T.=17.5-21.7 min) 的峰形和峰高也得到了明显改善。图 3(C)-(D) 表明, 超过 70% 的分析物峰宽缩小了 20% 以上, 近 90% 的分析物强度增加了 20% 以上。这些结果表明, PTT 可以有效解决传统在线方法中的峰宽问题, 并通过良好的聚焦效果提高灵敏度。

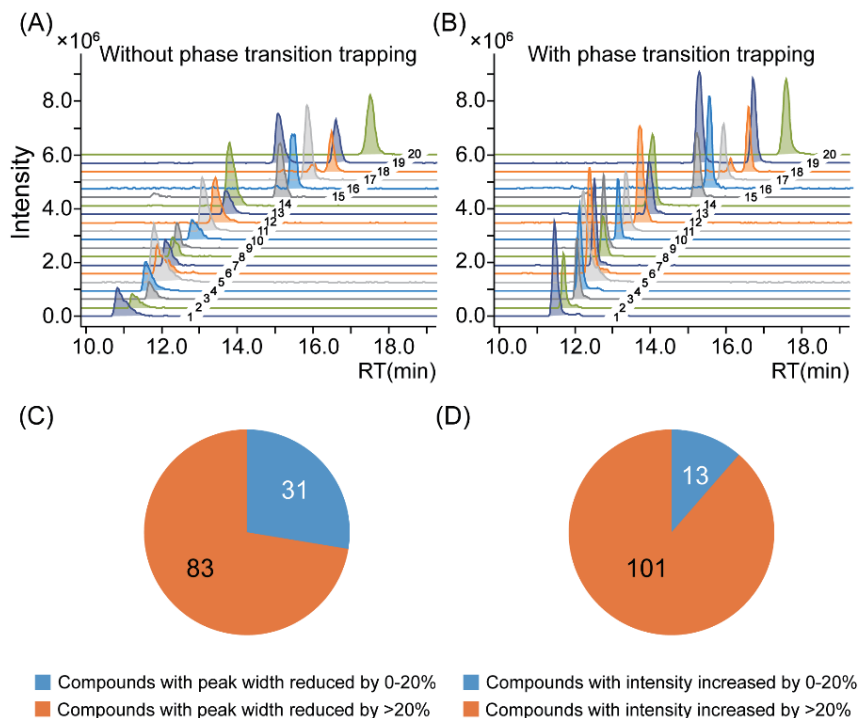


图3 使用和不使用 PTT 策略时 20 个代表性目标物的色谱图 (A)-(B), 以及 PTT 对分析物峰宽 (C) 和峰强度 (D) 的改善效果

3.3 前处理改进

图 4(A) 展示了通过 SSFE 方法 (0.03 g TiO₂) 和不含吸附剂的传统 SFE 方法获得的保湿水样品中代表性目标物的加标回收率。结果表明, 添加 TiO₂ 后加标回收率提高。在保湿水样品中, 82% 的化合物的加标回收率得到了改善, 其中 63% 的分析物改善了 40% 以上, 48% 的分析物改善了 60% 以上。

此外, 在中等浓度 (50 或 100 μg/L) 下, 添加吸附剂后, 保湿水样品中的 114 种分析物有 76 种显示出高加标回收率 (80%-120%), 只有 10 种显示出低加标回收率 (<60% 或 >140%), 还有 5 种分析物在新方法中未检测到。相比之下, 在不使用吸附剂的情况下, 114 种分析物中只有 27 种显示出高加标回收率。

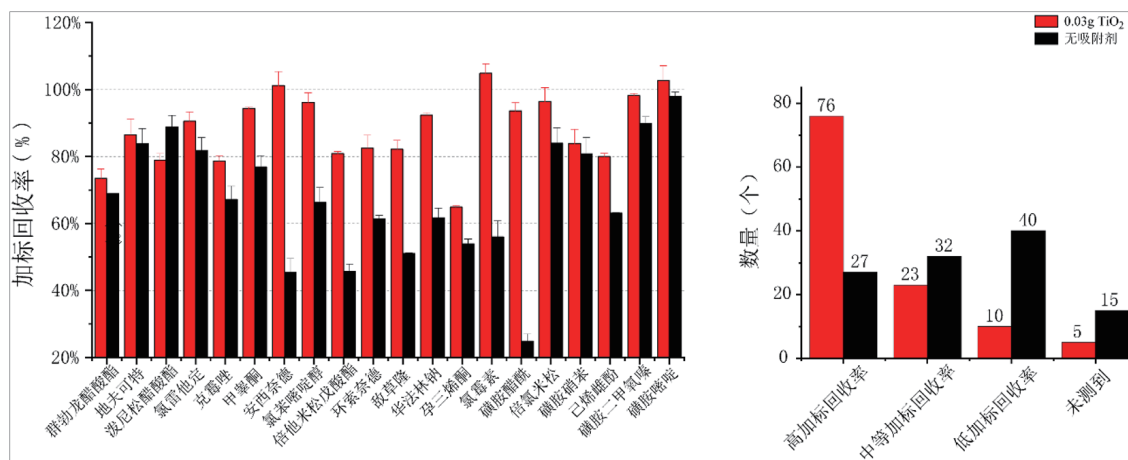


图 4 SSFE 方法 (0.03 g TiO₂) 和传统 SFE 法 (无吸附剂) 获得的加标保湿水样品中 20 种代表性目标物 (A) 和 114 种目标分析物 (B) 的加标回收率比较

3.4 绿色度对比

采用了 AGREE 软件将新方法与另外两种使用绿色溶剂的离线分析方法进行了比较。三种分析方法的 12 项原则的得分如图 5 所示，由于在线方法样品用量少、前处理简单、分析操作步骤少、自动化程度高且分析目标物数量更多，最终得分为 0.76，比其他两种禁用物质分析方法更高效、更环保。

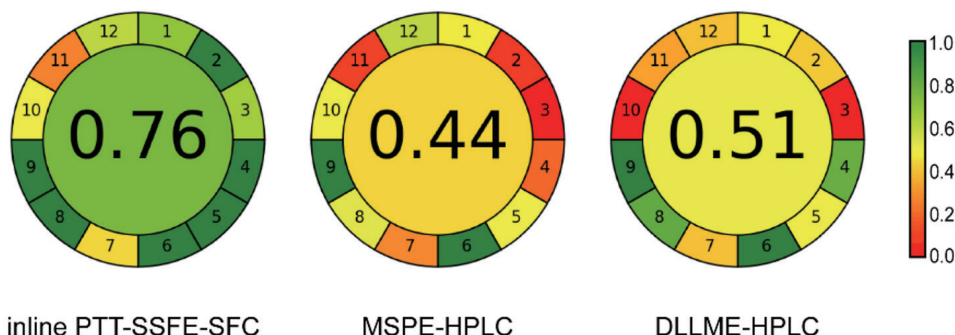


图 5 AGREE (<https://mostwiedzy.pl/AGREE>) 对三种分析方法绿色程度的得分结果。

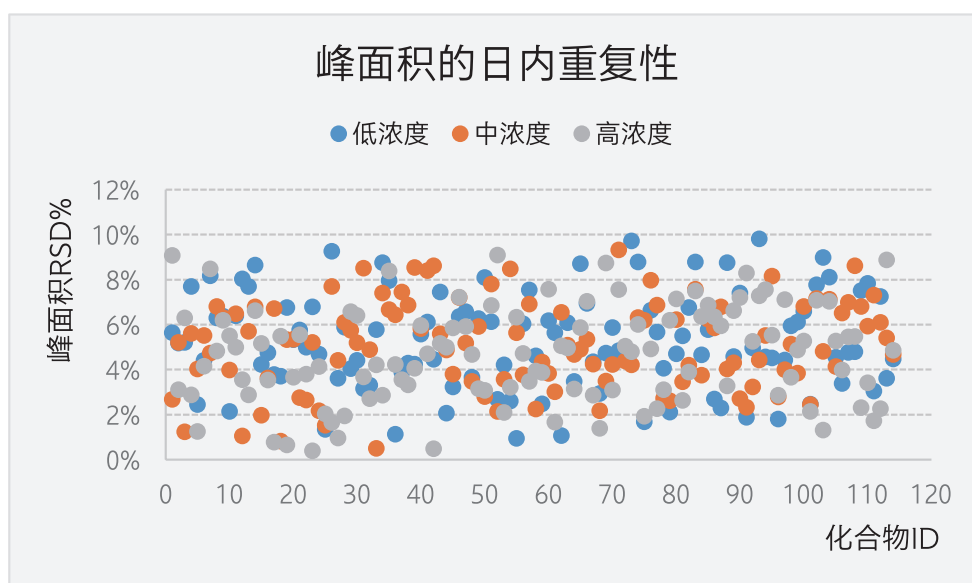
1-12 项原则如下：(1) 样品前处理活动；(2) 样品量；(3) 样品装置；(4) 分析操作；(5) 自动化程度；(6) 衍生化；(7) 废物量；(8) 多分析或多参数方法；(9) 能源使用；(10) 可再生试剂；(11) 有毒试剂量；(12) 安全性

3.5 校准曲线

配制不同浓度的标准溶液建立校准曲线，使用内标法定量。在所研究的浓度范围内，所有目标化合物均具有良好的线性关系，线性相关系数 $R^2 > 0.9913$ ，准确度范围为 80.5% 至 119.5%，具体线性相关数据见附表。

3.6 重复性实验、检出限和定量限

在低（20 或 50 $\mu\text{g/L}$ ）、中（50 或 100 $\mu\text{g/L}$ ）、高（100 或 200 $\mu\text{g/L}$ ）三个浓度水平下，平行 6 次进样，日内精密度和日间精密度的 RSD 分别在 9.8% 和 10.0% 以内，具体数据如下，可用于定量分析。



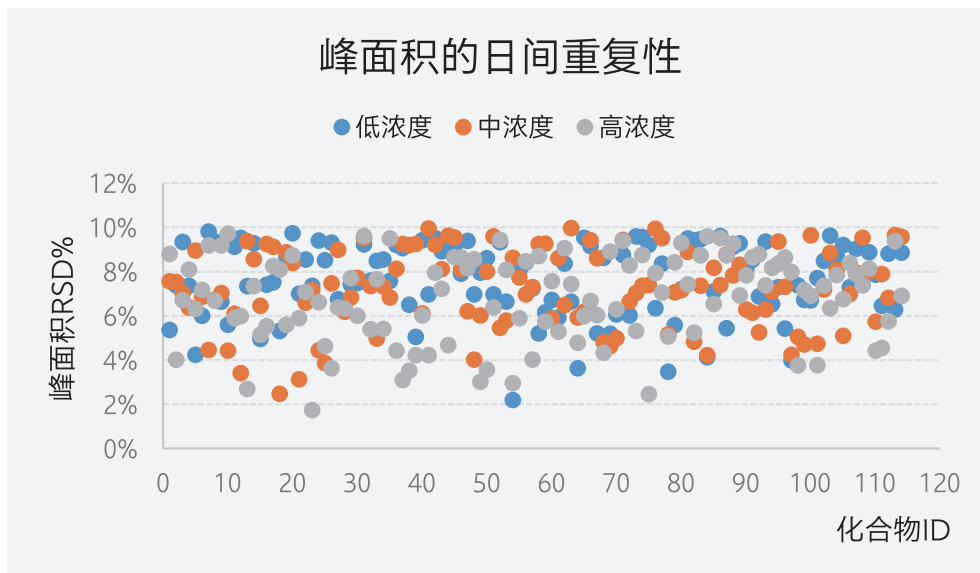


图 6 化合物峰面积的日内和日间重复性 (n=6)

检出限 (LOD) 和定量限 (LOQ) 分别为 0.00104 ~3.09 $\mu\text{g/L}$ 和 0.00346 ~10.3 $\mu\text{g/L}$ 。此外, 经比较已建立的 PTT-SSFE-SFC 方法和已报告的化妆品中禁用物质国家标准方法中的 LOD 值, 选择 82 种目标物质进行对比, 包括 53 种激素、22 种抗菌药物和 7 种农残。如图 7 所示, 在线方法检测出的 82 种目标物质的检出限均低于国家标准, 尤其是抗菌药物。

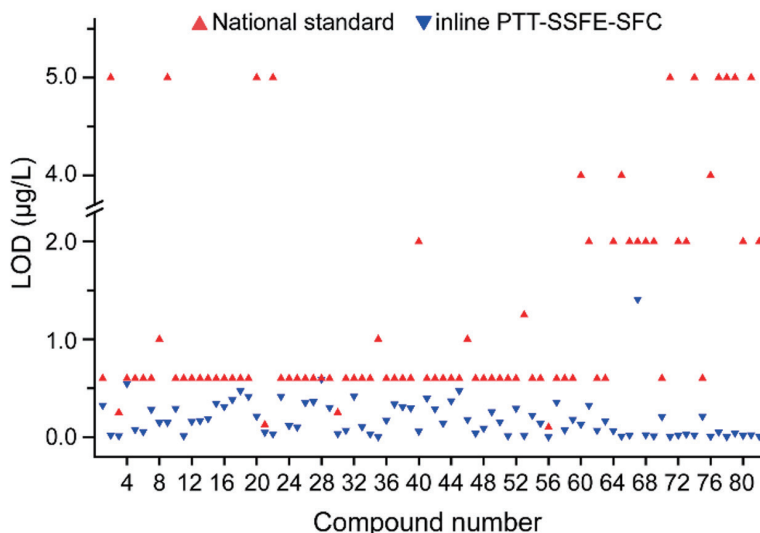


图 7 在线 PTT-SSFE-SFC-MS/MS 方法 (蓝色) 和国家标准方法 (红色) 中 82 种禁用物质的 LOD。化合物编号与附表中标 * 化合物的顺序一致

3.7 回收率考察

在中等浓度 (50 或 100 $\mu\text{g/L}$) 平行进样 3 次, 除少数激素和农药残留外, 保湿水和面膜中分别有 93% 和 85% 的禁用物质回收率为 60%-120%, 如图 8 所示。

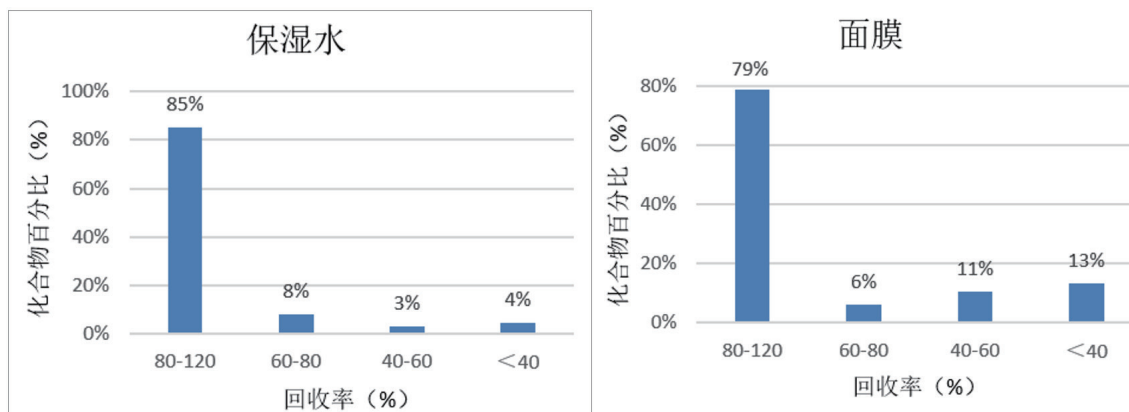


图 8 保湿水和面膜中禁用物质的回收率

■ 结论

该研究建立了在线 PTT-SSFE-SFC-MS/MS 方法，用于测定化妆品中的 114 种禁用物质，并对两种基质进行了研究。结果表明，该系统的峰形好、灵敏度高、基质效应低。此外，与已报道的化妆品中禁用物质的检测方法相比，在线方法操作步骤少、有机溶剂消耗少、自动化程度高，符合绿色分析化学的大部分原则。基于上述结果，该在线方法绿色高效，在复杂样品的高通量分析中具有潜力。

■ 附表

114 种化合物的基本信息与 MRM 参数

序号	类别	中文名称	英文名称	CAS 号	线性范围 ($\mu\text{g/L}$)	准确度 (%)	离子 类型	前体 离子	产物 离子 1	产物 离子 2	CE 1	CE 2
1	激素	丙酸睾酮	Testosterone propionate	57-85-2	20.0-250	93.3-107.2	[M+H] ⁺	345.30	97.2	109.1	-27	-26
2	激素	醋酸甲羟孕酮	Medroxyprogesterone Acetate*	71-58-9	20.0-400	94.0-114.7	[M+H] ⁺	387.20	327.25	123.15	-15	-29
3	激素	醋酸去氧皮质酮	Deoxycorticosterone acetate	56-47-3	10.0-500	92.4-112.4	[M+H] ⁺	373.30	109.05	332.9	-30	-8
4	驱虫药	吡喹酮	Praziquantel	55268-74-1	50.0-500	95.6-108.7	[M+H] ⁺	312.90	203.1	83.1	-18	-28
5	抗菌药	甲硝唑	Metronidazole*	443-48-1	10.0-500	82.6-113.3	[M+H] ⁺	172.00	82	128	-24	-14
6	激素	群勃龙醋酸酯	Trenbolone acetate	10161-34-9	20.0-400	84.0-107.7	[M+H] ⁺	313.20	253.15	91.15	-21	-50
7	农残	西玛津	Simazine*	122-34-9	1.00-250	93.5-116.9	[M+H] ⁺	202.05	104	96.15	-26	-23
8	激素	醋酸甲地孕酮	Megestrol acetate*	595-33-5	5.00-500	91.5-114.8	[M+H] ⁺	385.25	325.25	267.25	-15	-18
9	激素	己酸羟孕酮	Hydroxyprogesterone caproate*	630-56-8	5.00-400	84.5-109.5	[M+H] ⁺	429.25	313.3	271.25	-15	-21
10	激素	黄体酮	Progesterone*	57-83-0	50.0-500	90.4-109.6	[M+H] ⁺	315.25	97.15	109.15	-23	-26
11	激素	氯倍他松丁酸酯	Clobetasone butyrate*	25122-57-0	5.00-500	92.0-108.2	[M+H] ⁺	479.20	343.15	279.15	-17	-18
12	农残	炔苯酰草胺	Propyzamide*	23950-58-5	5.00-250	95.6-104.1	[M+H] ⁺	256.10	190.1	173.1	-13	-21
13	抗菌药	丙磺舒	Probenecid	57-66-9	25.0-400	91.9-115.7	[M-H] ⁻	284.00	240.05	140.05	15	23
14	抗菌药	灰黄霉素	Griseofulvin*	126-07-8	50.0-500	96.6-104.5	[M+H] ⁺	353.20	165	215	-21	-21
15	激素	二氟拉松双醋酸酯	Diflorasone diacetate*	33564-31-7	10.0-400	92.1-117.9	[M+H] ⁺	495.15	317.15	279.2	-14	-16
16	激素	地夫可特	Deflazacort*	14484-47-0	25.0-500	92.4-107.8	[M+H] ⁺	442.20	142.2	124.1	-35	-47
17	激素	氟轻松醋酸酯	Fluocinonide*	356-12-7	20.0-400	93.9-109.4	[M+H] ⁺	495.15	337.15	121.15	-18	-41
18	激素	曲安奈德醋酸酯	Triamcinolone acetonide acetate*	3870-07-3	20.0-400	87.9-110.1	[M+H] ⁺	477.20	339.15	457.2	-16	-10
19	激素	泼尼卡酯	Prednicarbate*	73771-04-7	5.00-400	88.0-107.3	[M+H] ⁺	489.30	381.2	115.1	-12	-15
20	激素	倍他米松双丙酸酯	Betamethasone dipropionate*	5593-20-4	20.0-400	82.7-110.7	[M+H] ⁺	505.20	319.2	411.25	-16	-12
21	激素	氢化可的松醋酸酯	Hydrocortisone Acetate*	50-03-3	25.0-500	80.7-111.9	[M+H] ⁺	405.20	309.25	121.15	-18	-28
22	激素	醋酸氯地孕酮	Chlormadinone acetate*	302-22-7	20.0-500	88.1-109.9	[M+H] ⁺	405.15	309.2	267.2	-17	-22
23	激素	17 α -羟基黄体酮	Hydroxyprogesterone	68-96-2	10.0-400	80.5-103.9	[M+H] ⁺	331.30	97.15	109.2	-23	-27
24	激素	可的松醋酸酯	Cortisone acetate*	50-04-4	20.0-500	88.1-113.3	[M+H] ⁺	403.20	163.2	343.2	-26	-20

25	激素	泼尼松醋酸酯	Prednisone Acetate*	125-10-0	20.0-500	83.0-114.8	[M+H] ⁺	401.15	295.2	147.15	-16	-14
26	抗组胺	氯雷他定	Loratadine	79794-75-5	1.00-200	89.3-112.8	[M+H] ⁺	383.10	337	267	-22	-36
27	抗菌药	螺内酯	Spirolactone*	52-01-7	10.0-400	83.0-103.3	[M-C ₂ H ₃ OS] ⁺	341.10	107	165	-29	-55
28	农残	多菌灵	Carbendazim*	10605-21-7	1.00-100	97.7-113.1	[M+H] ⁺	192.05	160.1	132.1	-18	-29
29	抗溃疡药	奥美拉唑	Omeprazole	73590-58-6	20.0-500	88.2-115.5	[M+H] ⁺	346.00	198.05	136.15	-30	-14
30	抗菌药	克霉唑	Clotrimazole*	23593-75-1	5.00-100	93.6-103.6	[M-C ₃ N ₂ H ₃] ⁺	277.10	165.1	241	-30	-28
31	激素	氟米龙醋酸酯	Fluorometholone acetate*	3801-06-7	20.0-250	90.1-109.3	[M+H] ⁺	419.20	279.25	321.25	-16	-14
32	激素	甲睾酮	Methyltestosterone*	58-18-4	10.0-250	87.3-115.5	[M+H] ⁺	303.20	109.1	97.1	-27	-26
33	激素	曲安西龙双醋酸酯	Triamcinolone diacetate*	67-78-7	10.0-250	90.6-108.5	[M+H] ⁺	479.15	441.15	321.2	-12	-17
34	激素	表睾酮	Epitestosterone	481-30-1	5.00-400	97.1-106.1	[M+H] ⁺	289.25	97.2	109.3	-24	-26
35	激素	甲羟孕酮	Medroxyprogesterone*	520-85-4	5.00-500	86.1-108.5	[M+H] ⁺	345.30	123.2	97.1	-25	-25
36	激素	阿氯米松双丙酸酯	Alclometasone dipropionate*	66734-13-2	10.0-500	91.5-107.5	[M+H] ⁺	521.20	301.2	279.2	-21	-19
37	激素	甲醇中美雄酮	Metandienone	72-63-9	5.00-250	87.9-105.3	[M+H] ⁺	301.25	121.1	149.15	-27	-16
38	激素	氟氢缩松	Fludrocortide*	1524-88-5	25.0-500	93.3-106.3	[M+H] ⁺	437.20	361.2	285.15	-19	-25
39	激素	安西奈德	Amcinonide*	51022-69-6	10.0-250	85.6-110.5	[M+H] ⁺	503.20	339.15	321.2	-17	-20
40	农残	甲萘威	Carbaryl*	63-25-2	5.00-500	84.4-105.8	[M+H] ⁺	202.10	145.15	127.1	-11	-27
41	激素	醋酸优力司特	Ulipristal Acetate	126784-99-4	10.0-400	91.3-111.1	[M+H] ⁺	476.30	134.2	416.15	-26	-20
42	激素	氟轻松	Fluocinolone acetonide*	67-73-2	25.0-400	94.3-106.8	[M+H] ⁺	453.15	121.2	337.2	-34	-15
43	激素	睾酮	Testosterone*	58-22-0	10.0-250	85.0-107.0	[M+H] ⁺	289.15	97	109.05	-23	-24
44	激素	氟尼缩松	Flunisolide*	77326-96-6	20.0-400	90.5-114.9	[M+H] ⁺	435.15	321.2	397.2	-14	-11
45	抗菌药	他扎罗汀	Tazarotene	118292-40-3	10.0-100	92.0-106.7	[M+H] ⁺	352.15	324.1	294.05	-28	-41
46	激素	氯替泼诺	Loteprednol etabonate*	82034-46-6	5.00-250	95.7-113.0	[M+H] ⁺	467.15	265.25	359.2	-21	-13
47	农残	氟苯嘧啶醇	Fenarimol*	60168-88-9	1.00-250	94.1-115.8	[M+H] ⁺	331.05	268.15	259.1	-24	-24
48	β受体激动剂	利托君	Ritodrine	26652-09-5	10.0-250	95.6-111.9	[M+H] ⁺	288.15	121.2	121.2	-22	-22
49	激素	宝丹酮	Boldenone	846-48-0	10.0-250	94.5-106.6	[M+H] ⁺	287.20	121.25	135.15	-22	-15
50	激素	诺龙	Nandrolone	434-22-0	20.0-500	81.4-114.0	[M+H] ⁺	275.15	257.2	109.15	-17	-27
51	激素	倍他米松戊酸酯	Betamethasone valerate*	2152-44-5	20.0-250	92.6-112.4	[M+H] ⁺	477.20	355.2	279.2	-12	-18
52	激素	地索奈德	Desonide*	638-94-8	10.0-250	93.3-110.1	[M+H] ⁺	417.20	399.3	225.15	-13	-25
53	抗菌药	利拉萘酯	Liranaftate	88678-31-3	10.0-250	91.8-109.6	[M+H] ⁺	329.15	181.05	131.1	-16	-27
54	激素	可的松	Cortisone*	53-06-5	10.0-400	88.0-105.9	[M+H] ⁺	361.15	163.25	121.2	-23	-30

55	激素	氟替卡松 丙酸酯	Fluticasone propionate*	80474-14-2	5.00-250	88.5-113.4	[M+H] ⁺	501.15	313.25	293.2	-15	-18
56	激素	哈西奈德	Halcinonide*	3093-35-4	25.0-500	89.6-104.9	[M+H] ⁺	455.15	105.2	121.2	-53	-45
57	抗菌药	莫匹罗星	Mupirocin	12650-69-0	5.00-400	81.4-104.4	[M-H] ⁻	499.20	173.15	325.1	30	23
58	激素	氢化可的 松丁酸酯	Hydrocortisone butyrate*	13609-67-1	25.0-400	96.6-107.8	[M+H] ⁺	433.20	345.25	121.15	-13	-28
59	激素	氢化可的 松戊酸酯	Hydrocortisone Valerate*	57524-89-7	20.0-250	93.5-106.4	[M+H] ⁺	447.25	345.3	121.2	-13	-25
60	激素	布地奈德	Budesonide*	51333-22-3	20.0-250	95.4-107.9	[M+H] ⁺	431.20	413.25	147.2	-12	-30
61	激素	倍他米松 醋酸酯	Betamethasone Acetate*	987-24-6	10.0-250	93.0-105.8	[M+H] ⁺	435.20	309.2	415.25	-14	-9
62	激素	甲基泼尼 松龙醋酸 酯	Methylprednisolone Acetate*	53-36-1	5.00-250	91.0-105.2	[M+H] ⁺	417.20	399.25	253.3	-11	-22
63	农残	二苯胺	Diphenylamine*	122-39-4	5.00-200	92.9-115.6	[M+H] ⁺	170.20	93.25	92.2	-24	-22
64	激素	环索奈德	Ciclesonide*	126544-47-6	10.0-250	90.2-107.4	[M+H] ⁺	541.30	523.3	323.2	-13	-18
65	激素	孕二烯酮	Gestodene	60282-87-3	10.0-250	88.8-112.6	[M+H] ⁺	311.25	270.25	109.1	-10	-26
66	激素	四烯雌酮	Altrenogest	850-52-2	10.0-250	89.4-112.2	[M+H] ⁺	311.25	269.15	227.15	-15	-23
67	激素	泼尼松龙 醋酸酯	Prednisolone Acetate*	52-21-1	25.0-500	92.8-105.6	[M+H] ⁺	403.20	147.2	307.2	-25	-14
68	激素	卤倍他索 丙酸酯	Halobetasol Propionate*	66852-54-8	25.0-500	90.2-108.4	[M+H] ⁺	485.15	391.05	353.15	-13	-16
69	激素	炔诺孕酮	Norgestrel*	6533-00-2	10.0-500	86.8-104.7	[M+H] ⁺	313.20	109.15	245.25	-27	-18
70	激素	氯倍他索 丙酸酯	Clobetasol Propionate*	25122-46-7	5.00-250	95.4-113.0	[M+H] ⁺	467.15	373.2	355.25	-12	-15
71	激素	氟氢可的 松醋酸酯	Fludrocortisone acetate	514-36-3	25.0-500	86.7-110.0	[M+H] ⁺	423.20	239.3	121.1	-25	-33
72	激素	地塞米松 醋酸酯	Dexamethasone Acetate*	1177-87-3	10.0-250	88.7-106.3	[M+H] ⁺	435.20	309.25	415.25	-14	-10
73	农残	敌草隆	Diuron*	330-54-1	1.00-250	89.2-115.8	[M+H] ⁺	233.00	72.1	46.1	-22	-17
74	抗菌药	吲哚美辛	Indometacin	53-86-1	5.00-400	91.8-112.3	[M+H] ⁺	358.10	139.15	317.1	-21	-9
75	抗凝剂	华法林钠	Warfarin	81-81-2	20.0-400	86.3-115.7	[M+H] ⁺	309.05	163.2	251.2	-16	-20
76	激素	氟米龙	Fluorometholone*	426-13-1	5.00-250	87.4-115.4	[M+H] ⁺	377.20	279.3	321.3	-17	-14
77	抗菌药	巴喹普林	Baquiloprim	102280-35-3	20.0-400	84.5-119.4	[M+H] ⁺	309.20	266.15	294.15	-31	-23
78	激素	孕三烯酮	Gestrinone*	16320-04-0	1.00-250	86.5-117.8	[M+H] ⁺	309.10	241.2	199.15	-23	-33
79	抗菌药	氯霉素	Chloramphenicol*	56-75-7	5.00-250	93.2-110.2	[M-H] ⁻	321.10	152	257.2	17	12
80	抗菌药	卢立康唑	Luliconazole	187164-19-8	10.0-400	94.0-110.3	[M+H] ⁺	354.00	150.2	123.1	-23	-42
81	激素	氟米松	Flumethasone*	2135-17-3	20.0-250	88.8-106.5	[M+H] ⁺	411.15	253.2	121.15	-17	-35
82	激素	地塞米松	Dexamethasone*	50-02-2	10.0-250	95.9-108.4	[M+H] ⁺	393.20	355.2	373.2	-13	-10
83	激素	氢化可的 松	Hydrocortisone*	50-23-7	20.0-400	95.2-112.0	[M+H] ⁺	363.20	121.2	105.15	-24	-46
84	抗菌药	磺胺二甲 异恶唑	Sulfisoxazole*	127-69-5	5.00-250	92.3-106.2	[M+H] ⁺	268.10	156.15	113.15	-14	-16

85	激素	雌酮	Estrone*	53-16-7	10.0-250	95.1-107.7	[M-H]-	269.25	145.1	183.2	36	35
86	激素	莫米他松糠酸酯	Mometasone furoate*	83919-23-7	5.00-250	92.7-114.2	[M+H]+	521.10	503.15	263.25	-13	-25
87	激素	倍氯米松双丙酸酯	Beclometasone dipropionate*	5534-09-8	5.00-250	95.2-110.1	[M+H]+	521.20	503.2	319.2	-13	-17
88	抗菌药	磺胺醋酰	Sulfacetamide*	144-80-9	20.0-250	91.0-112.3	[M-H]-	213.00	171.1	195.05	19	18
89	抗菌药	磺胺多辛	Sulfadoxine*	2447-57-6	1.00-200	90.8-103.8	[M+H]+	311.10	156.2	92.05	-19	-29
90	抗菌药	磺胺胍	Sulfaguanidine monohydrate*	6190-55-2	1.00-400	83.1-109.7	[M-H ₂ O+H]+	215.10	92.15	156.05	-25	-14
91	激素	卤美他松	Halometasone*	50629-82-8	25.0-500	94.4-112.0	[M+H]+	445.10	155.1	287.15	-32	-15
92	激素	马烯雌酮	Equilin	474-86-2	5.00-250	83.8-110.7	[M-H]-	267.10	143.1	239.05	31	24
93	抗菌药	磺胺二甲唑	Sulfamoxol*	729-99-7	5.00-400	89.2-104.3	[M+H]+	268.10	156	92.1	-16	-27
94	抗菌药	磺胺二甲基异噁啉	Sulfisomidine*	515-64-0	1.00-250	91.5-109.2	[M+H]+	279.10	124.15	149.15	-22	-18
95	激素	倍氯米松	Beclomethasone*	4419-39-0	25.0-400	89.3-107.1	[M+H]+	409.15	391.2	279.2	-12	-19
96	激素	戊酸雌二醇	Estradiol valerate	979-32-8	10.0-250	91.2-107.4	[M-H]-	355.25	253.15	101	30	31
97	激素	康力龙	Stanozolol	10418-03-8	5.00-250	90.8-109.7	[M+H]+	329.25	81.2	95.1	-48	-41
98	抗菌药	磺胺甲氧嗪	Sulfamethoxy-pyridazine*	80-35-3	1.00-250	89.8-112.1	[M+H]+	281.10	156	92	-17	-28
99	抗菌药	磺胺硝苯	Sulfanitran*	122-16-7	1.00-250	91.4-108.7	[M-H]-	333.95	136.05	270.1	30	23
100	抗肿瘤药	雷利度胺	lenalidomide	191732-72-6	5.00-500	91.5-111.7	[M+H]+	259.90	149.1	187.1	-15	-24
101	激素	己烷雌酚	Hexestrol	84-16-2	5.00-250	92.2-109.5	[M-H]-	269.15	119.1	134.1	37	15
102	抗菌药	磺胺二甲噁啉	Sulfamethazine*	57-68-1	1.00-250	85.1-105.8	[M+H]+	279.05	186	149.2	-17	-17
103	利尿剂	吲达帕胺	Indapamide	26807-65-8	5.00-500	92.5-108.9	[M-H]-	364.05	189	131.95	25	24
104	抗菌药	磺胺甲基异噁唑	Sulfamethoxazole*	723-46-6	1.00-250	91.2-102.6	[M+H]+	254.10	156	107.9	-15	-23
105	激素	己烯雌酚	Diethylstilbestrol*	56-53-1	5.00-250	92.3-115.4	[M-H]-	267.20	251.15	222.1	24	34
106	抗菌药	磺胺二甲氧嗪	Sulfadimethoxine*	122-11-2	1.00-250	91.6-108.1	[M+H]+	311.10	156.1	92.1	-21	-32
107	抗菌药	磺胺甲噁啉	Sulfamerazine*	127-79-7	5.00-250	90.6-105.6	[M+H]+	265.00	156	92	-17	-29
108	抗菌药	磺胺甲二唑	Sulfamethizole*	144-82-1	1.00-200	93.5-108.1	[M+H]+	271.10	156	92	-14	-27
109	抗菌药	磺胺吡啉	Sulfapyridine*	144-83-2	20.0-500	84.8-108.1	[M+H]+	250.00	156	92	-15	-27
110	抗菌药	磺胺噻啉	Sulfadiazine*	68-35-9	5.00-250	95.6-114.4	[M+H]+	251.10	156	92.05	-16	-28
111	激素	环戊丙酸雌二醇	Depofemin	313-06-4	20.0-250	94.3-112.3	[M-H]-	395.15	141.1	253.1	33	36
112	抗菌药	磺胺氯噁嗪	Sulfachloropyridazine*	80-32-0	20.0-400	92.3-119.5	[M+H]+	285.00	155.9	92	-15	-29

113	抗菌药	磺胺喹恶 啉	Sulfaquinoxaline*	59-40-5	1.00-250	86.0-107.2	[M+H] ⁺	301.10	156	92.1	-17	-31
114	抗组胺	吩噻嗪	Phenothiazine	92-84-2	5.00-250	86.1-111.7	[M+H] ⁺	199.05	167.1	118.15	-27	-13
内标 1	激素	甲睾酮	Methyltestosterone- [D3]	96425-03-5	-	-	[M+H] ⁺	306.15	97.05	109.05	-25	-31
内标 2	激素	黄体酮	Progesterone-[D9]	15775-74-3	-	-	[M+H] ⁺	324.1	100.2	113.15	-25	-32
内标 3	激素	己烯雌酚	Diethylstilbesterol- [D8]	91318-10-4	-	-	[M-H] ⁻	275.1	245.1	228.25	31	37
内标 4	抗菌药	氯霉素	Chloramphenicol-[D5]	202480-68-0	-	-	[M-H] ⁻	325.95	157.25	262.1	17	11
内标 5	抗菌药	磺胺吡啶	Sulfapyridine-[D4]	1189863-86-2	-	-	[M+H] ⁺	253.9	160.1	96.15	-17	-27

岛津应用云

