

测试报告

样品信息			
样品名称	牛奶	编号	SHZ-20230321-005
样品重量	/	剂型	/
收样日期	2023/03/20	测试期间	2023/03/20-2023/03/22
样品描述	/		
测试需求			
测试成分	地塞米松		
参考标准			
参考标准	GB/T 22978-2008	标样	有
仪器信息			
测试仪器	高效液相色谱串联质谱仪	仪器型号	Xevo TQ-S micro

● 色谱条件:

色谱柱:	月旭 Ultimate® UHPLC LP-C18 2.1×150mm, 1.8μm
流动相	0.1%甲酸水溶液: 乙腈=1:1
柱温:	40 °C
流速:	0.2 mL/min
进样量:	2 μL
注意事项	本次测试采用基质曲线。

● 流动相的配置:

流动相 A: 0.1%甲酸水溶液 (准确移取 1 mL 甲酸, 用水溶解并定容至 1000 mL)

流动相 B: 色谱级乙腈



● 质谱条件:

离子源: ESI

检测方式: MRM

干燥气: 氮气, 250°C, 流速: 500L/Hr

碰撞气: 氩气

离子喷雾电压 1.5kV

名称	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	Cone (V)	Collision (V)	Polarity
地塞米松	393.1	147.1	36	28	Negative
		355.2		12	
		373.1		8	

● 样品溶液的配制:

样品溶液: 称取 10 g 样品 (精确到 0.01 g) 于 50 mL 离心管中, 加入乙腈 10 mL, 涡旋混合 1 min, 以 5000 r/min 离心 10 min, 取上清液于鸡心瓶中。旋转蒸发仪于 45°C 水浴上减压蒸发, 将提取液浓缩至体积小于 5 mL, 备用。

C18E 固相萃取柱 (500 mg, 3 mL), 用 3 mL 乙腈, 3 mL 水活化。

备用液过柱, 弃去。

用 5 mL 水淋洗, 弃去, 抽干。

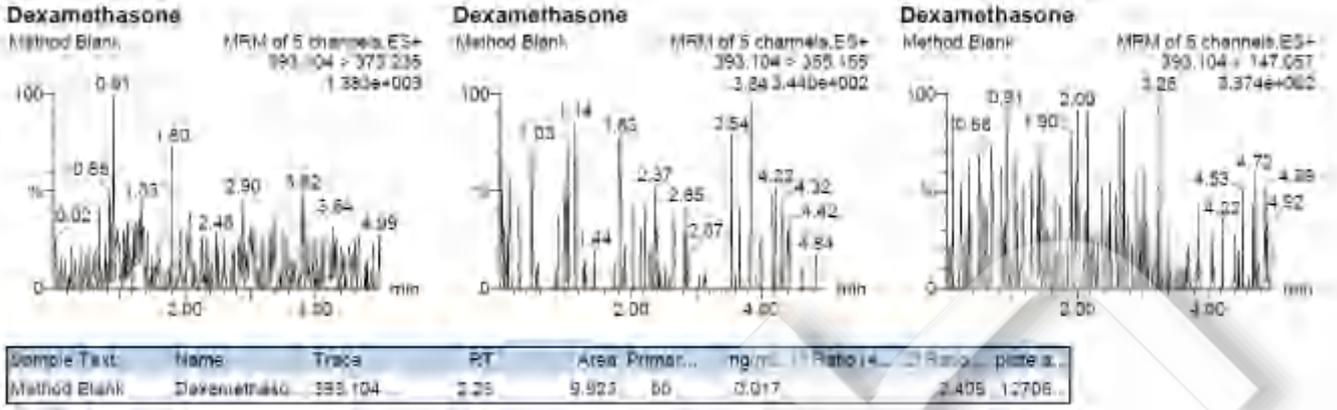
5 mL 乙腈, 洗脱并收集。

洗脱液于 45°C 氮吹至近干, 用 0.5 mL 流动相溶解残渣, 混匀, 过 0.22 μm 滤膜, 上机分析。

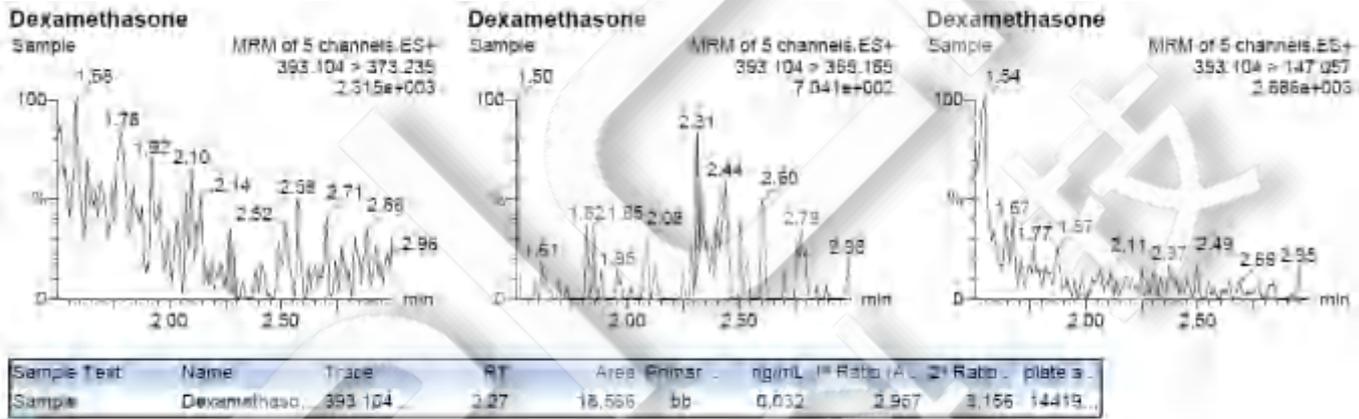
谱图和数据

(1) 空白

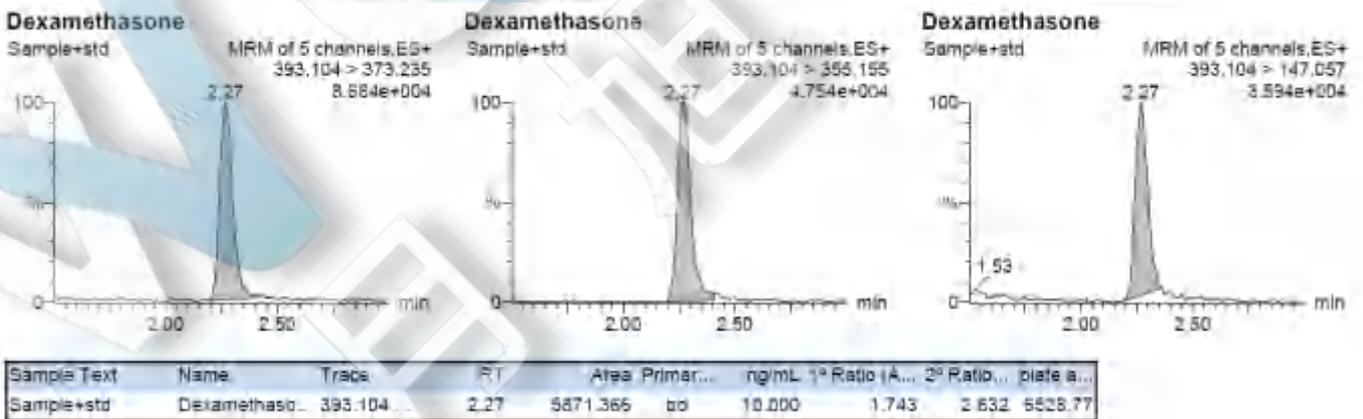




(2) 样品溶液

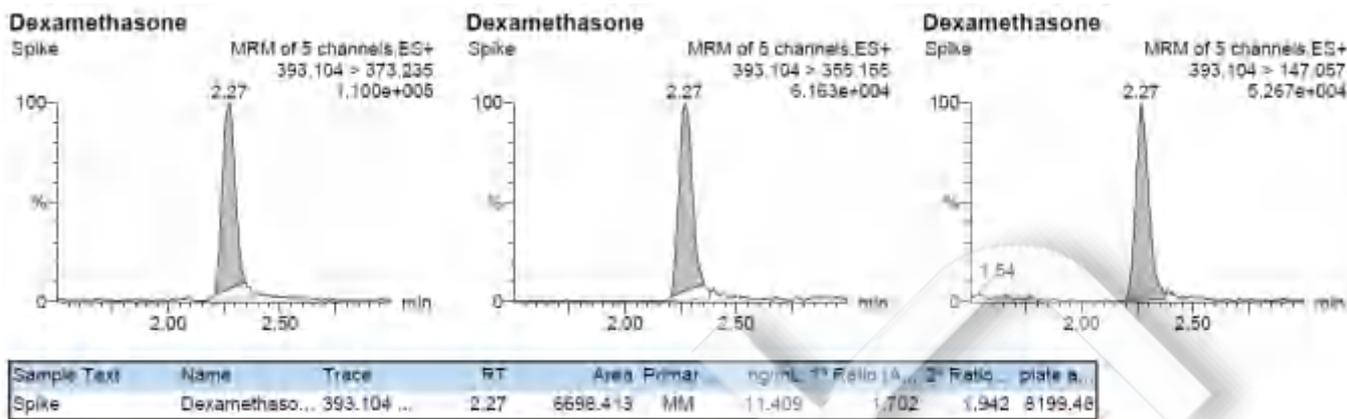


(3) 10 ng/mL 基质曲线



(4) 样品加标, 10 ng/mL.





● 结论:

使用月旭 Ultimate® ODS-3 2.1*100mm, 3µm 检测牛奶中地塞米松残留量回收率为 114.1%, 样品回收率满足要求。

日期: 2023/03/22

