

基质固相分散-高压液相色谱-高分辨质谱法 测定猪肉中 22 种磺胺类药物的残留

徐伟东, 秦峰*, 李晓雯, 陈桂良

(上海市食品药品检验所, 上海 201203)

摘要: **目的** 建立基质固相分散-高压液相色谱-高分辨质谱测定猪肉中 22 种磺胺类药物残留量的测定方法, 包括磺胺苯酰、磺胺醋酰、磺胺氯吡嗪、磺胺嘧啶、磺胺间二甲氧嘧啶、磺胺二甲嘧啶、磺胺甲基嘧啶、磺胺多辛、磺胺间甲氧嘧啶、磺胺甲氧吡嗪、磺胺对甲氧嘧啶、磺胺甲噻唑、磺胺甲噻二唑、磺胺二甲噻唑、磺胺苯吡唑、磺胺吡啶、磺胺喹噁啉、磺胺噻唑、磺胺异噻唑、磺胺胍、甲氧苄啶、磺胺索嘧啶。**方法** 猪肉样品与弗罗里硅土混合, 研磨均匀, 装入空的固相萃取管中, 用 15 mL 1%乙酸二氯甲烷: 乙酸乙酯(1:3, v/v)洗脱, 洗脱液用氮气吹干, 残渣用 1 mL 乙腈: 10 mmol/L 乙酸铵溶液(15:85, v/v)溶解。加入 1 mL 正己烷混合离心, 取下层溶液, 经 0.22 μm 滤膜过滤后用 Agilent Poroshell 120 EC-C₁₈(2.1 mm \times 150 mm, 2.7 μm)色谱柱分离, 高分辨质谱测定。**结果** 22 种磺胺类药物在 10~100 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 范围内线性关系良好, 相关系数 $r>0.99$, 除磺胺甲噻二唑、甲氧苄啶和磺胺胍/磺胺胍加标回收率小于 40%外, 其余均大于 60%, 定量限为 5~10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。**结论** 本方法具有前处理快速、高效、有机试剂用量少、成本小等优点, 适用于猪肉中磺胺类药物残留量的测定。

关键词: 高分辨质谱; 基质固相分散; 猪肉; 磺胺

Determination of twenty-two sulfonamide residues in pork by matrix solid phase dispersion-high pressure liquid chromatography-high resolution mass spectrometry

XU Wei-Dong, QIN Feng*, LI Xiao-Wen, CHEN Gui-Liang

(Shanghai Institute of Food and Drug Control, Shanghai 201203, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for determination of 22 sulfonamides in pork, including sulfabenzamide, sulfacetamide, sulfachloropyridazine, sulfadiazine, sulfadimethoxine, sulfamethazine, sulfamerazinesulfadoxine, sulfamonomethoxine, sulfamethoxypyridazine, sulfamethoxydiazine, sulfamethoxazole, sulfamethizole, sulfamoxole, sulfaphenazole, sulfapyridine, sulfaquinoxaline, sulfathiazole, sulfisoxazole, sulfaguanidine, trimethoprim and sulfisomidine, with matrix solid phase dispersion and high pressure liquid chromatography-high resolution mass spectrometry. **Methods** Pork samples were mixed and grinded with solid-phase sorbent (Florisol), then put in a glass mortar. The mixture was packed as a solid phase extraction cartridge and eluted with 15 mL 1% acetic acid dichloromethane:ethyl acetate(1:3, v/v). The eluted materials were collected and evaporated to dry by nitrogen gas. The residues were dissolved in 1 mL acetonitrile: 10 mmol/L ammonium acetate (15:85, v/v) and 1 mL n-hexane. After centrifugation, the lower solution was gone

*通讯作者: 秦峰, 副主任药师, 主要研究方向为食品安全检测技术。Email: sidcinqinfeng@yahoo.com.cn

*Corresponding author: QIN Feng, Deputy Chief Pharmacist, Shanghai Institute for Food and Drug Control, No. 1500, Zhangheng Road, Pudong District, Shanghai 201203, China. E-mail: sidcinqinfeng@yahoo.com.cn

through a 0.22 μm filter membrane and then separated by Agilent Poroshell 120 EC- C_{18} column (2.1 mm \times 150 mm, 2.7 μm), after that it was determined by high resolution mass spectrometry. **Results** The linear range of 22 sulfonamides were 10~100 $\mu\text{g}/\text{kg}$, $r>0.99$. The recoveries of sulfamethizole, trimethoprim and sulfaguanidine were below 40%, the others were above 60%. The limits of quantitation were 5~10 $\mu\text{g}/\text{kg}$. **Conclusion** The advantages of this method are fast, efficient, less organic reagent and low cost. It is suitable for the determination of sulfonamides residues in pork.

KEY WORDS: high resolution mass spectrometry; matrix solid phase dispersion; pork; sulfonamides

1 引言

磺胺类药物(sulfanilamides, SAs)结构上类似对氨基苯甲酸(PABA), 可与 PABA 竞争性作用于细菌体内的二氢叶酸合成酶, 从而阻止以 PABA 为原料合成细菌所需的四氢叶酸, 进而抑制细菌蛋白质的合成达到抑菌效果。该类药物具有抗菌谱广、抗菌效果明显、性质稳定、价格便宜等优点, 目前大量用于防治畜禽细菌性感染疾病^[1]。由于磺胺类药物在动物体内无法代谢完全, 其残留量通过食物链进入人体, 进而对人体健康构成危害^[2]。我国和其他国家对动物源性食品中磺胺类药物的最高残留限量(MRL)均作出规定^[3], 见表 1。

基质固相分散法(matrix solid phase dispersion, MSPD)是由 Barker 在 1989 年提出并给予理论解释的一种样品前处理技术^[4], 该技术最初是试样直接与反相填料(C_{18} 或 C_8 键和硅胶)研磨、混匀制成均匀的半固态物质, 然后装柱, 用洗脱剂淋洗的一个过程。它将组织匀浆、提取和净化等步骤在同一操作中完成, 减少分析环节, 降低工作量, 因此在药物残留领域该技术的应用愈来愈多。近年来, 随着不同基质, 不同分析目标领域的增加, 该技术的应用愈发的灵活^[5], 分散剂除了包括反相填料(C_{18} 或 C_8), 还包括了正相无机材料分散剂(如氧化铝和弗罗里硅土)、正相填料分散剂(如硅胶和键合极性基团的硅胶)、无选择性保

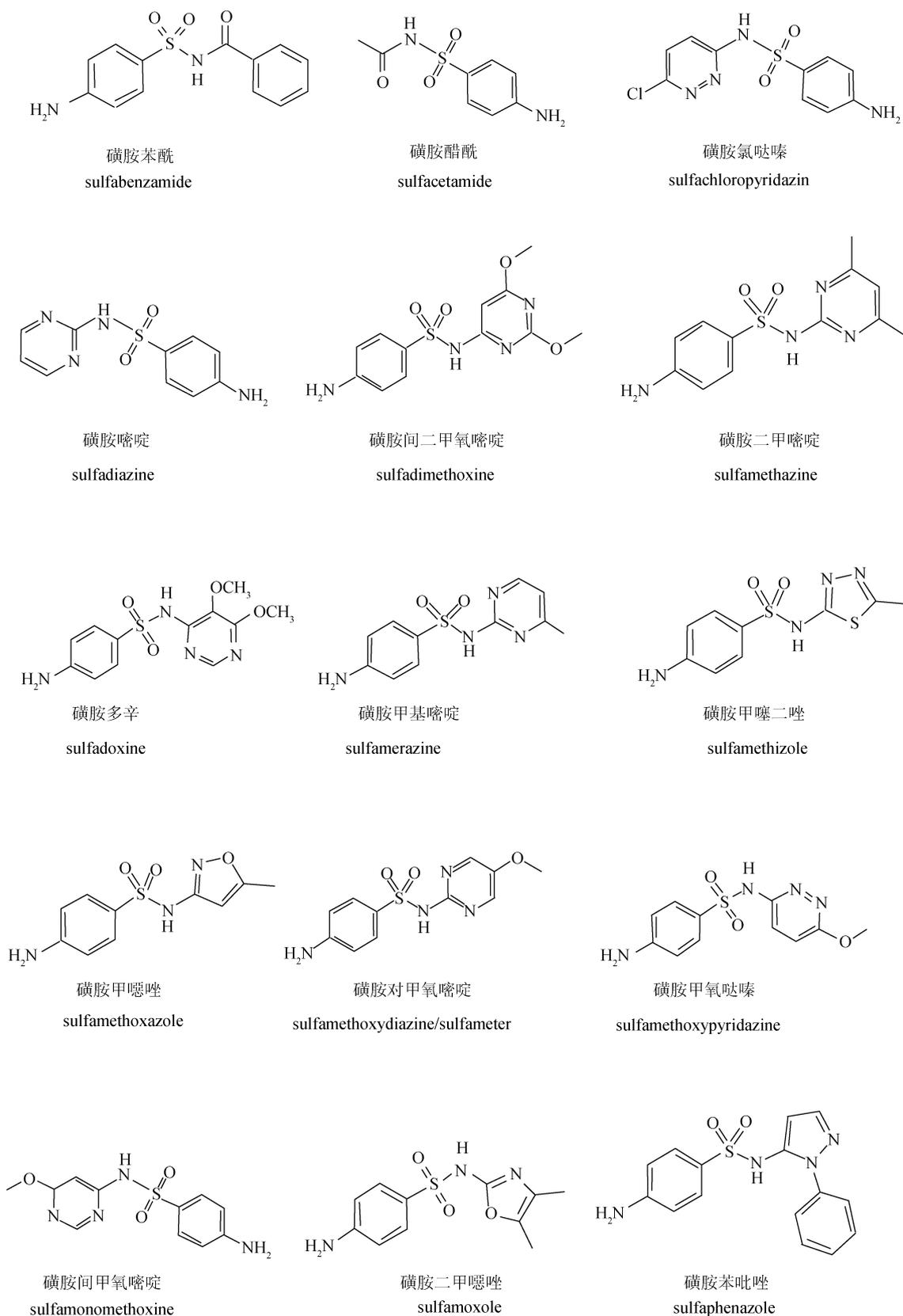
留特性材料分散剂(如沙及硅藻土)、高选择性分散剂(如分子印迹聚合物材料)和新型材料(如碳纳米管等), 相应的洗脱溶剂亦随着固体分散剂的类别和分析物的化学性质相应改变。本文考察不同固体吸附剂、不同洗脱溶剂和洗脱体积、基质和分散剂的比例等因素对测定结果的影响。

目前对猪肉中磺胺的理化分析方法主要有高压液相色谱法(HPLC)、气相色谱法(GC)、超临界流体色谱法(SFC)、气相色谱质谱联用法(GC/MS)和高压液相色谱质谱联用法等(LC/MS)^[6]。LC/MS 法是检测动物源性食品中 SAs 残留的重要方法, 其中以低分辨质谱为多, 主要用于确证检测。与低分辨质谱不同的是, 高分辨质谱具有高质量准确度、高质量分辨率、参数设定简单、一次全扫描数据、除可以对目标化合物定量外还可以用于非定向和未知化合物的筛选等优点, 目前已应用于检测尿液、毛发、牛奶、动物组织等样品中的药物残留^[7]。本文使用高分辨质谱(Q-TOF-MS)对猪肉中的 22 种磺胺进行了检测, 包括磺胺苯酰、磺胺醋酰、磺胺氯哒嗪、磺胺嘧啶、磺胺间二甲氧嘧啶、磺胺二甲嘧啶、磺胺甲基嘧啶、磺胺多辛、磺胺间甲氧嘧啶、磺胺甲氧哒嗪、磺胺对甲氧嘧啶、磺胺甲噁唑、磺胺甲噻二唑、磺胺二甲噁唑、磺胺苯吡唑、磺胺吡啶、磺胺喹噁啉、磺胺噻唑、磺胺异噁唑、磺胺胍、甲氧苄啶、磺胺索嘧啶(见图 1),

表 1 不同国家对动物源性食品中磺胺类药物最高残留限量的规定

Table 1 The MRL of SAs in animal original food controlled by different countries

地区	限量规定	颁布时间
中国	牛奶中磺胺二甲嘧啶不得过 25 $\mu\text{g}/\text{kg}$; 食品动物中肌肉、脂肪、肝、肾中磺胺类的残留总量不得过 100 $\mu\text{g}/\text{kg}$	2002
欧美	动物组织的残留总量不得过 100 $\mu\text{g}/\text{kg}$	2003
日本	动物组织的残留总量不得过 20 $\mu\text{g}/\text{kg}$	2002



(图 1)

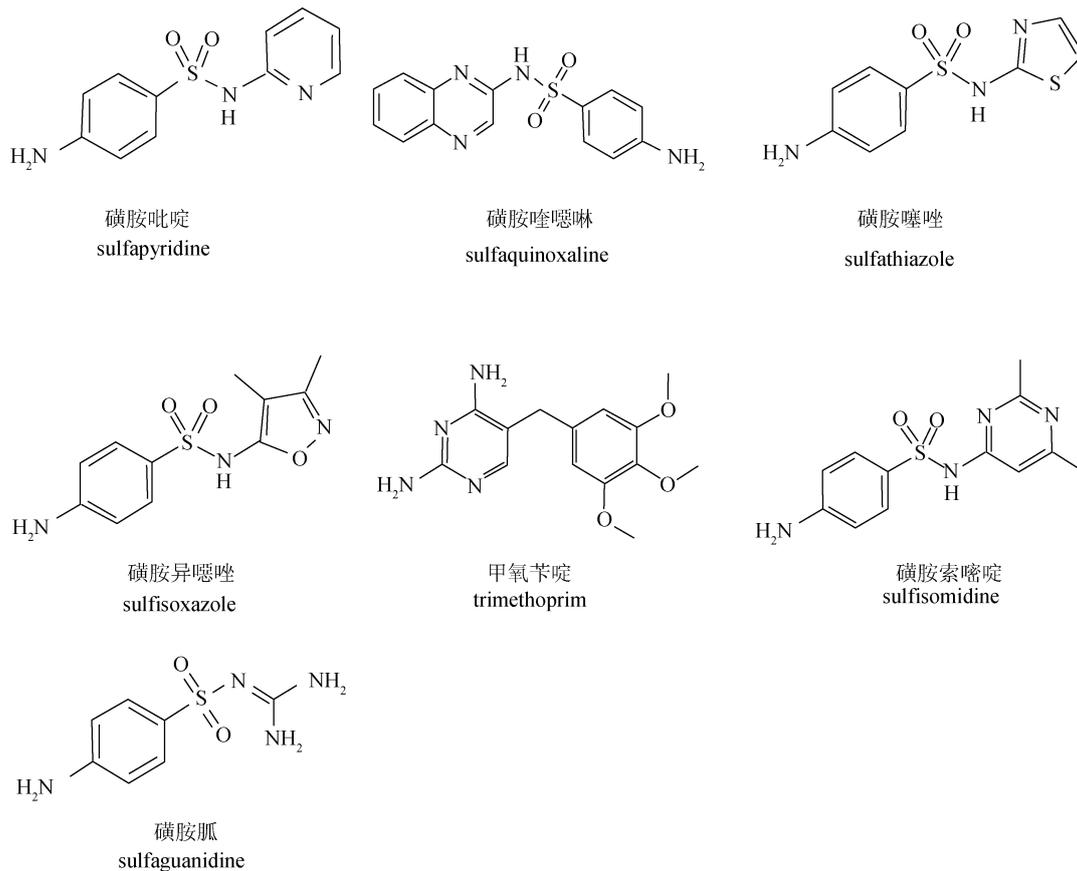


图 1 22 种磺胺类药物的结构式

Fig. 1 Structures of 22 SAs

为进一步开展不同类兽药残留的检测打下基础。

2 材料与方法

2.1 仪器和设备

API TripleTOF™ 5600 质谱系统(美国 AB SCIEX 公司), 配有电喷雾离子源; Agilent 1260 高压液相色谱仪(美国 Agilent 公司); Milli-Q 超纯水器(美国 Millipore 公司); MS3 型漩涡振荡器(德国 IKA 公司); CR 21G 型高速冷冻离心机(德国 Eppendorf 公司); 多位氮气浓缩仪(德国 Organomation 公司)。

2.2 材料和试剂

Acrodise GHP 两性滤膜(美国 Pall 公司); HPLC 级甲醇、乙腈和甲酸(美国 Merck 公司); HPLC 级乙酸乙酯、正己烷(美国 Honeywell 公司); HPLC 级二氯甲烷(中国 J&K 公司); 分析纯乙二醇(上海凌峰化学试剂公司); 实验用水为经 Milli-Q 净化系统(0.22 μm 过滤膜)过滤的去离子水; 10 mL 带筛板的固相萃取

空柱、弗罗里硅土和 ODS-C₁₈(中国 Agela 公司); 硅藻土、酸性氧化铝(100 目)、中性氧化铝(100 目)和碱性氧化铝(100 目)(国药集团化学试剂公司); 磺胺苯酰、磺胺醋酰、磺胺氯吡啶、磺胺嘧啶、磺胺间二甲氧嘧啶、磺胺二甲嘧啶、磺胺多辛、磺胺甲基嘧啶、磺胺甲噻二唑、磺胺甲噁唑、磺胺对甲氧嘧啶、磺胺甲氧吡嗪、磺胺间甲氧嘧啶(德国 Dr.Ehrenstorfer GmbH 公司), 磺胺二甲噁唑、磺胺苯吡啶、磺胺吡啶、磺胺喹噁啉、磺胺噻唑、磺胺异噁唑(美国 Sigma 公司), 甲氧苄啶、磺胺脒、磺胺索嘧啶(中国药品生物制品检定所和中国兽医药品监察所)。

磺胺标准储备液配制: 准确称取上述各种磺胺标准品 0.0100 g, 分别用甲醇溶解并定容至 100 mL, 浓度为 100 μg/mL, -20 °C 保存。

磺胺混合标准溶液配制: 临用时, 分别取上述磺胺标准储备液, 用乙腈: 10 mmol/L 乙酸铵(15 : 85, v/v)稀释成 1 μg/mL 的混合标准溶液。

磺胺混合标准线性溶液配制: 分别量取磺胺混

合标准溶液适量, 用乙腈: 10mmol/L 乙酸铵(15 : 85, v/v)稀释成 5、10、25、50 ng/mL 的混合标准溶液, 作为线性溶液 $S_1 \sim S_4$ 。

2.3 方法

2.3.1 样品处理

称取 0.50 g 试样(精确到 0.1 g)和 1.50 g 弗罗里硅土(精确到 0.1 g)与玻璃研钵中, 用玻璃杵研磨约 5 min, 使样品均匀分散, 将该混合物装入约 10 mL 带筛板的固相萃取空管中, 轻轻压紧, 连接在固相萃取装置上, 用 15 mL 的二氯甲烷: 乙酸乙酯(1 : 3, v/v)洗脱。将收集洗脱液于 50 °C 下氮气吹干, 用 1.0 mL 乙腈: 10 mmol/L 乙酸铵(15 : 85, v/v)溶解, 涡旋混合 3 min, 加入 1 mL 正己烷, 混合后 4600 r/min 离心 10 min, 取下层溶液过 0.22 μm 滤膜, 滤液供仪器测定。

2.3.2 液相色谱条件

色谱柱: Agilent Poroshell 120 EC- C_{18} 柱(2.1 mm \times 150 mm, 2.7 μm); 流动相: 乙腈(A), 0.1%甲酸水溶液(B); 梯度洗脱程序: 0~3.0 min, 乙腈(A)体积比为 5%; 3.0~8.0 min, 乙腈(A)体积比从 5%线性增加至 20%; 8.0~11.0 min, 乙腈(A)体积比为 20%; 11.0~20.0 min, 乙腈(A)体积比从 20%线性增加至 90%; 20.0~22.0 min, 乙腈(A)体积比为 90%; 22.0~22.1 min, 乙腈(A)体积比从 90%线性减少至 5%; 22.1~27.0 min, 乙腈(A)为 5%。流速 0.25 mL/min; 柱温 40 °C; 进样量 10.0 μL 。

2.3.3 质谱条件

离子源: 电喷雾离子化源; 扫描模式: 正离子扫描; 检测方式: 全离子扫描; 电喷雾电压: 5500 V; 雾化气流量(GS1)和辅助气流量(GS2): 均为 55 mL/min; 气帘气流速(CUR): 35 mL/min; 离子源温度: 600 °C。去簇电压(DP): 80; 碰撞能量(CE): 10。离子累积加速时间: 0.25 s。其它质谱信息见表 2。

3 结果与分析

3.1 MSPD 洗脱溶剂的选择

本试验分别考察了乙腈、1%乙酸乙腈、甲醇、二氯甲烷、二氯甲烷: 乙酸乙酯(1 : 3, v/v)和乙酸乙酯等 6 种溶剂对猪肉中磺胺类药物的洗脱情况。考虑到实际样品中磺胺类药物残留浓度高低不一, 为了更好的反映不同溶剂的洗脱情况, 试验中设计了高浓

度(100 $\mu\text{g}/\text{kg}$)和低浓度(20 $\mu\text{g}/\text{kg}$)两个加标浓度的模拟样品, 通过回收率数据的比较, 综合考察最佳的洗脱溶剂。高低浓度模拟样品的回收率结果分别见图 2 和图 3。数据显示二氯甲烷: 乙酸乙酯(1 : 3, v/v)的洗脱效果较好。考虑到磺胺大部分为碱性药物, 有文献报道在提取液中加入 1%乙酸能提高提取效率^[8], 且在先前考察提取液时, 酸化乙腈的回收率优于纯乙腈, 所以又考察了二氯甲烷: 乙酸乙酯(1 : 3, v/v)与 1%乙酸二氯甲烷: 乙酸乙酯(1 : 3, v/v)对化合物回收率的影响, 结果如图 4 所示[注: 以 1%乙酸二氯甲烷: 乙酸乙酯(1 : 3, v/v)的洗脱能力作为参照物, 设定回收率 100%, 将二氯甲烷: 乙酸乙酯(1 : 3, v/v)的洗脱能力与其作比较, 以回收率表示], 各化合物在酸化的二氯甲烷: 乙酸乙酯(1 : 3, v/v)中回收率普遍提高, 因此选择 1%乙酸二氯甲烷: 乙酸乙酯(1 : 3, v/v)作为洗脱溶剂。

3.2 MSPD 基质固相分散剂的选择

本实验分别考察了弗洛里硅土、硅藻土、酸性氧化铝、中性氧化铝、碱性氧化铝和 C_{18} 等 6 种分散剂对测定结果的差异。试验中设计了加标浓度(100 $\mu\text{g}/\text{kg}$)的模拟样品, 洗脱溶剂为 1%乙酸二氯甲烷-乙酸乙酯(1 : 3, v/v), 综合考察最佳的分散剂。结果显示为图 5。数据显示除了甲氧苄啶外, 弗罗里硅土的回收率接近或优于 C_{18} 粉, 同时实验中发现弗罗里硅土与基质的混合均匀性较 C_{18} 粉好, 另外弗罗里硅土价格低于 C_{18} 粉, 因此本次实验中选弗罗里硅土作为分散剂。

3.3 MSPD 的洗脱体积的考察

分别用 10 mL 和 15 mL 二氯甲烷-乙酸乙酯(1 : 3, v/v)洗脱, 比较同一洗脱剂在不同洗脱体积下的回收率。除甲氧苄啶、磺胺甲噻二唑、磺胺胍外, 洗脱体积 15 mL 时的各组分的回收率均达到 80%以上, 且较洗脱体积 10 mL 的回收率有明显的提高, 因此洗脱体积定为 15 mL。

3.4 样品与固相分散剂的比例的选择

本文以弗罗里硅土为固相分散剂, 选择样品与弗罗里硅土的质量比分别为 1 : 3、1 : 4、1 : 5 进行对比试验。结果表明, 混合比例为 1 : 3 时的回收率较

表 2 22 种磺胺的质谱信息
Table 2 The mass information of 22 SAs

化合物	英文名	分子式	CAS 号	[M+H] ⁺
磺胺苯酰	sulfabenzamide	C ₁₃ H ₁₂ N ₂ O ₃ S	127-71-9	277.06414
磺胺醋酰	sulfacetamide	C ₈ H ₁₀ N ₂ O ₃ S	144-80-9	215.04849
磺胺氯吡嗪	sulfachloropyridazine	C ₁₀ H ₉ ClN ₄ O ₂ S	80-32-0	285.02075
磺胺嘧啶	sulfadiazine	C ₁₀ H ₁₀ N ₄ O ₂ S	68-35-9	251.05972
磺胺间二甲氧嘧啶	sulfadimethoxine	C ₁₂ H ₁₄ N ₄ O ₄ S	122-11-2	311.08085
磺胺二甲嘧啶	sulfamethazine	C ₁₂ H ₁₄ N ₄ O ₂ S	57-68-1	279.09102
磺胺多辛	sulfadoxine	C ₁₂ H ₁₄ N ₄ O ₄ S	2447-57-6	311.08085
磺胺甲基嘧啶	sulfamerazine	C ₁₁ H ₁₂ N ₄ O ₂ S	127-79-7	265.07537
磺胺甲噻二唑	sulfamethizole	C ₉ H ₁₀ N ₄ O ₂ S ₂	144-82-1	271.0318
磺胺甲噁唑	sulfamethoxazole	C ₁₀ H ₁₁ N ₃ O ₃ S	723-46-6	254.05939
磺胺对甲氧嘧啶	sulfamethoxydiazine	C ₁₁ H ₁₂ N ₄ O ₃ S	651-06-9	281.07029
磺胺甲氧吡嗪	sulfamethoxypyridazine	C ₁₁ H ₁₂ N ₄ O ₃ S	80-35-3	281.07029
磺胺间甲氧嘧啶	sulfamonomethoxine	C ₁₁ H ₁₂ N ₄ O ₃ S	1220-83-3	281.07029
磺胺二甲噁唑	sulfamoxole	C ₁₁ H ₁₃ N ₃ O ₃ S	729-99-7	268.07504
磺胺苯吡唑	sulfaphenazole	C ₁₅ H ₁₄ N ₄ O ₂ S	526-08-9	315.09102
磺胺吡啶	sulfapyridine	C ₁₁ H ₁₁ N ₃ O ₂ S	144-83-2	250.06448
磺胺喹噁啉	sulfaquinoxaline	C ₁₄ H ₁₂ N ₄ O ₂ S	59-40-5	301.07537
磺胺噻唑	sulfathiazole	C ₉ H ₉ N ₃ O ₂ S ₂	42-14-0	256.0209
磺胺异噁唑	sulfisoxazole	C ₁₁ H ₁₃ N ₃ O ₃ S	127-69-5	268.07504
甲氧苄啶	trimethoprim	C ₁₄ H ₁₈ N ₄ O ₃	738-70-5	291.14517
磺胺胍	sulfaguandine	C ₇ H ₁₀ N ₄ O ₂ S	57-67-0	215.05972
磺胺索嘧啶	sulfisomidine	C ₁₂ H ₁₄ N ₄ O ₂ S	515-64-0	279.09102

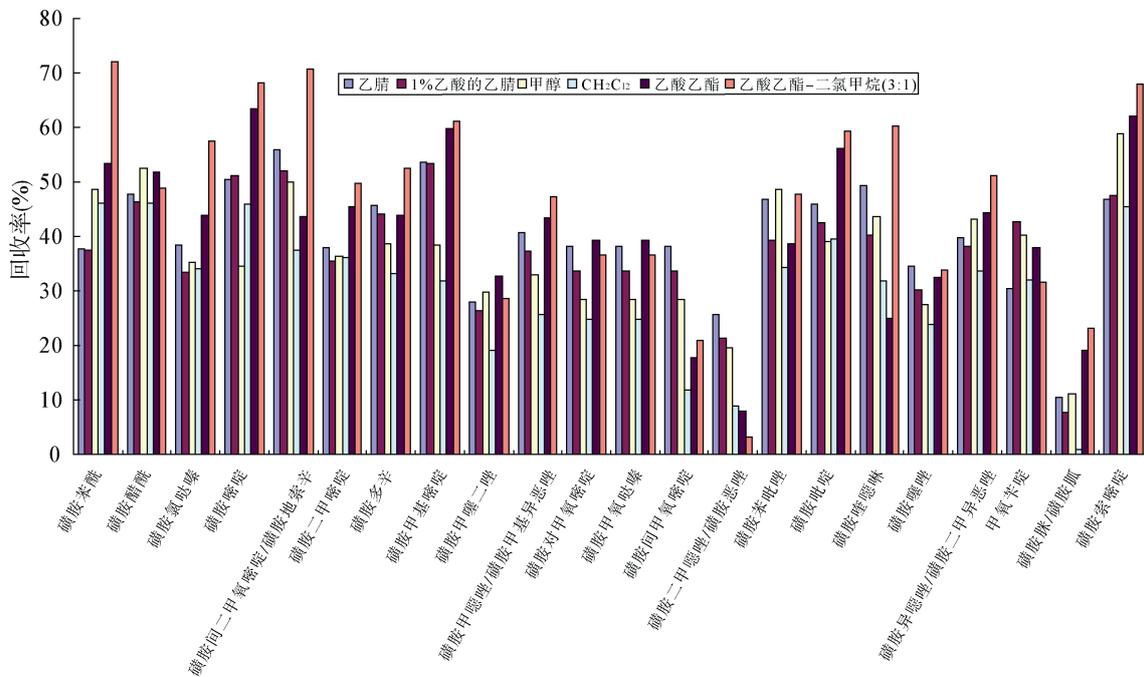


图 2 不同溶剂对磺胺类药物的洗脱效率对比图(低浓度)

Fig. 2 The elute efficiency in different solvents for SAs (low concentration)

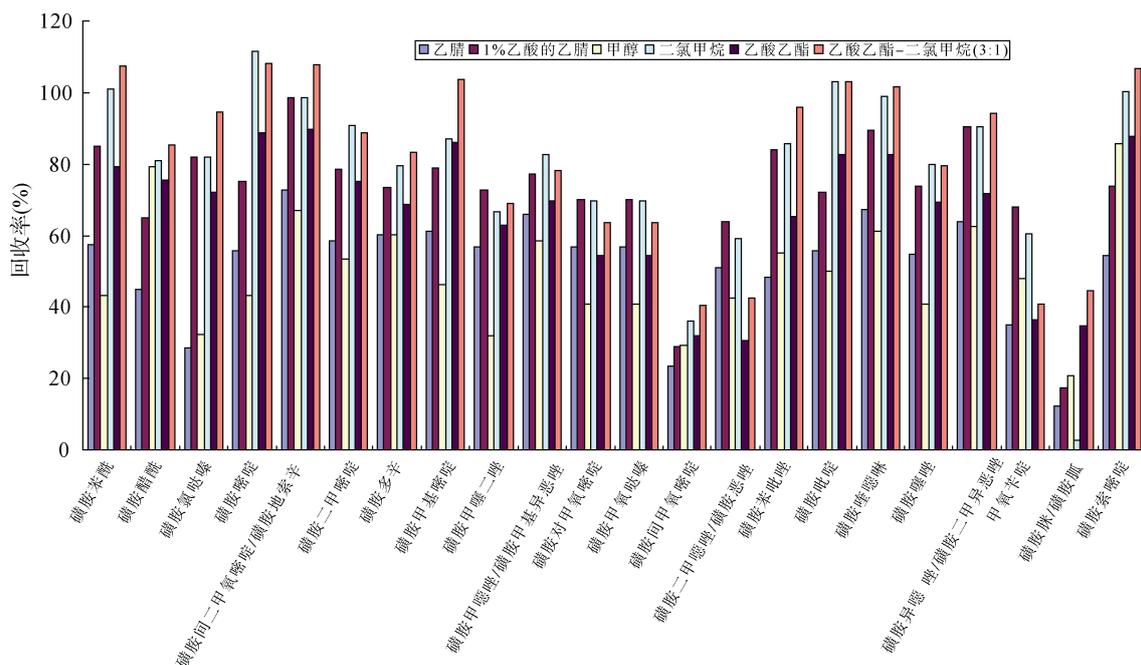


图 3 不同溶剂对磺胺类药物的洗脱效率对比图(高浓度)

Fig. 3 The elute efficiency in different solvents for SAs (high concentration)

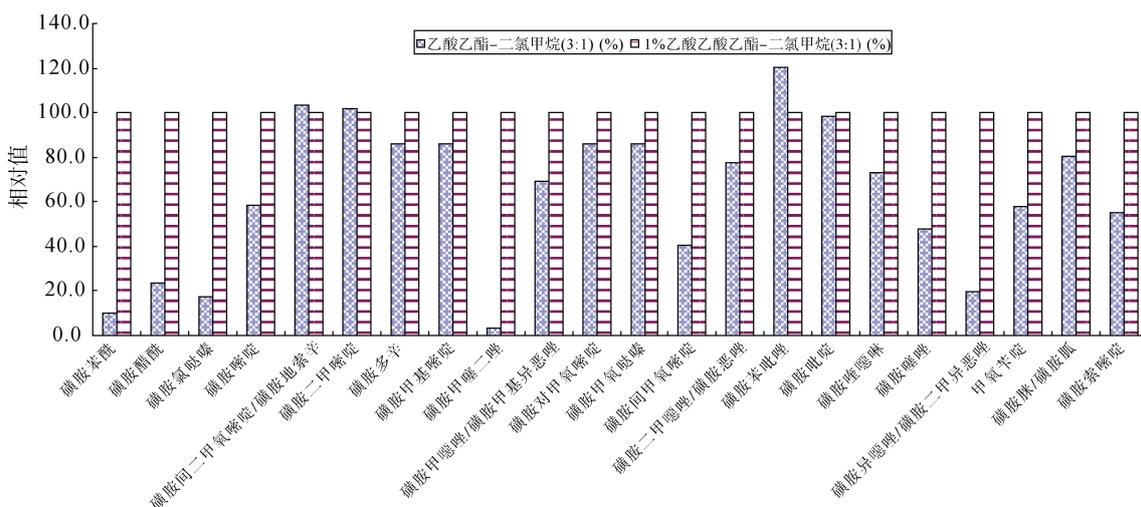


图 4 酸性和中性溶剂的洗脱效率对比图

Fig. 4 The elute efficiency in acid and neutral solvent for SAs

高, 因此选择样品与弗罗里硅土的质量比为 1 : 3。

3.5 色谱条件的优化

实验中比较了 Agilent Poroshell 120 EC-C₁₈ 柱 (2.1 mm×150 mm, 2.7 μm), Agilent Eclipse XDB- C₁₈ 柱(4.6 mm×150 mm, 5.0 μm)以及 Phenomenex Luna C₁₈(2)100A 柱 (2.1 mm×150 mm, 3.0 μm), 通过比较色谱峰形、相互之间的分离度、响应强弱等因素, 选择 Agilent Poroshell 作为分析柱。另外, 磺胺类药物结构中含有氨基, 水溶液中呈弱碱性, 同时考虑到

质谱为正离子检测, 因此在流动相中加入 0.1%的甲酸。酸性条件下使磺胺类药物在流动相中呈离子状态存在, 峰形有所改善, 另外增加了质谱信号的响应。

由于检测目标化合物中存在 4 对同分异构体, 尤其是磺胺对甲氧嘧啶、磺胺甲氧吡嗪和磺胺间甲氧嘧啶, 色谱行为极为相似。经过不断的改变流动相的洗脱条件, 使得所有的同分异构体基本分离。典型图见图 6。

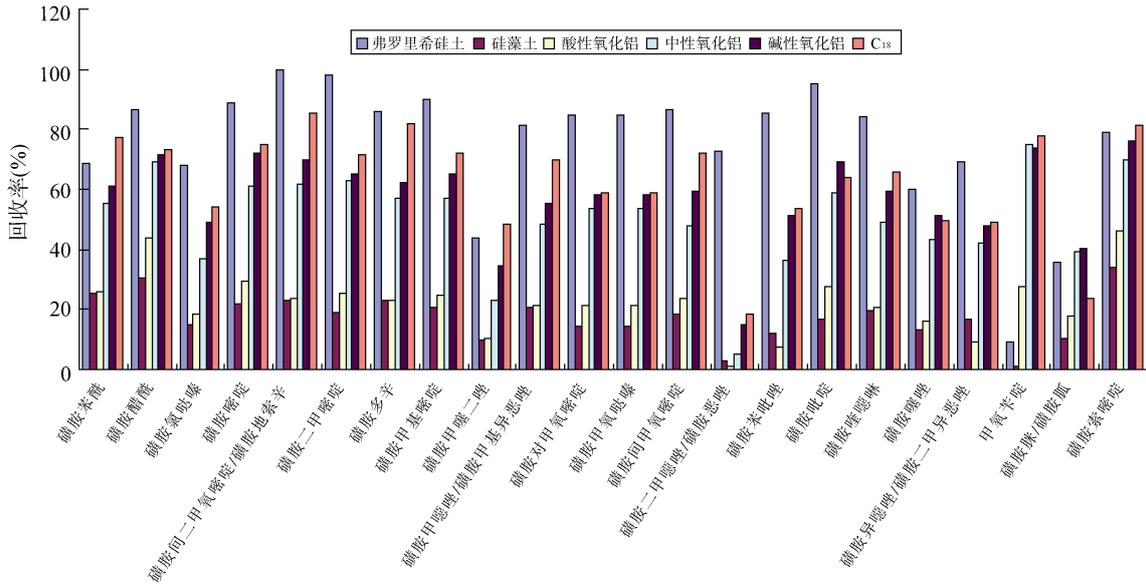


图 5 不同固相分散剂对提取效率的对比图

Fig. 5 The extraction efficiency in different solid sorbents for SAs

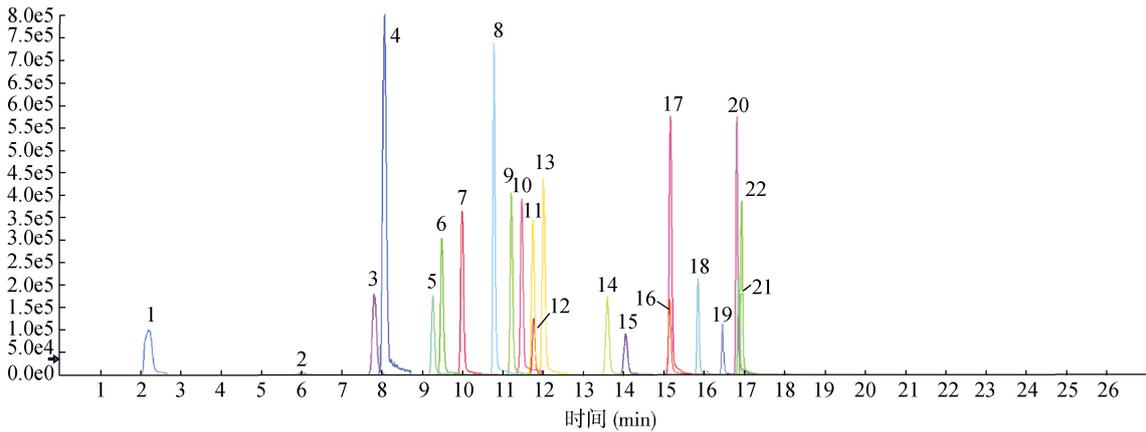


图 6 22 种磺胺类药物的典型质谱图

Fig. 6 The typical mass spectrum of 22 SAs

1: 磺胺脒; 2: 磺胺醋酰; 3: 磺胺嘧啶; 4: 磺胺索嘧啶; 5: 磺胺噻唑; 6: 磺胺吡啶; 7: 磺胺甲基嘧啶; 8: 甲氧苄啶; 9: 磺胺二甲噻唑; 10: 磺胺二甲嘧啶; 11: 磺胺对甲氧嘧啶; 12: 磺胺甲噻二唑; 13: 磺胺甲氧哒嗪; 14: 磺胺间甲氧嘧啶; 15: 磺胺氯哒嗪; 16: 磺胺甲噻唑; 17: 磺胺多辛; 18: 磺胺异噻唑; 19: 磺胺苯酰; 20: 磺胺间二甲氧嘧啶; 21: 磺胺喹噻啉; 22: 磺胺苯吡唑。

3.6 方法的线性关系、检出限和回收率

取磺胺混合标准线性溶液进样，得到各化合物线性方程，相关系数均大于 0.99。计算猪肉中加标浓度 100 μg/kg 的回收率，除磺胺甲噻二唑，甲氧苄啶，磺胺胍这三种化合物小于 40%，其余化合物均大于 60%，以信噪比 10 : 1 计算定量限，除磺胺醋酰为 10 μg/kg，其余各化合物的检出限均为 5 μg/kg，完全能

满足世界各国对猪肉中磺胺类药物残留的检测要求。

4 讨论

本文建立了猪肉中 22 种磺胺类药物残留量的基质固相分散-高压液相色谱-高分辨质谱的分析方法。通过比较试验，确定了基质固相分散法中分散剂、脱溶剂、洗脱体积、样品与分散剂混合比例等关键因素。根据文献报道，用 MSPD 方法测猪肉中磺胺的方法

较少, 只有张素霞等^[4]报道了猪肉中磺胺类药物的 MSPD-HPLC 测定方法, 但其方法灵敏度较低, LOQ 为 10~100 $\mu\text{g}/\text{kg}$, 而我们的定量限均小于 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。相比其它质谱检测方法^[9, 10], 尽管灵敏度在一个水平。但我们方法的取样量小, 只有 0.5 g, 其他方法取样量一般为 2 g 或者 5 g。因此本方法具有前处理快速、高效、有机试剂用量少、成本小等优点, 适用于猪肉中磺胺类药物残留量的测定。

由于我们采用的是高分辨质谱进行全扫描数据采集, 不但能对目标的 22 种磺胺类药物进行定量检测, 还能对非目标的磺胺类化合物进行筛选, 为进一步开展目标与非目标兽药残留的检测打下基础。

参考文献

- [1] 秦国建, 许振成, 吴根义, 等. 残留磺胺类药物的来源及环境行为研究进展[J]. 农业灾害研究, 2011, 1(1): 58-60.
Qin GJ, Xu ZC, Wu GY, *et al.* Research advance on the source of residual sulfonamides and its environmental behavior [J]. J Agric Catastrophol, 2011, 1(1): 58-60.
- [2] 李俊锁, 邱月明, 王超. 兽药残留分析[M]. 上海: 上海科学技术出版社, 2002.
Li JS, Qiu YM, Wang C. Analysis of Veterinary Residues [M]. Shanghai: Shanghai Scientific & Technical Publishers, 2002.
- [3] 何金华, 丘锦荣, 贺德春, 等. 磺胺类药物的环境行为及其控制技术研究进展[J]. 广东农业科学, 2012, (7): 225-229.
He JH, Qiu JR, He DC, *et al.* Environmental behavior and related control technologies of sulfonamides [J]. Guangdong Agric Sci, 2012, (7): 225-229.
- [4] 张素霞, 李俊锁, 钱传范. 猪肌肉组织中磺胺类药物的 MSPD 净化和 HPLC 测定[J]. 畜牧兽医学报, 1999, 30(6): 531-535.
Zhang SX, Li JS, Qian CF. MSPD clean-up and HPLC determination of sulfonamides in swine muscle [J]. Chin J Anim Vet Sci, 1999, 30(6): 531-535.
- [5] Capriotti AL, Cavaliere C, Giansanti P, *et al.* Recent developments in matrix solid-phase dispersion extraction. Journal of Chromatography A [J]. J Chromatogr A, 2010, 1217(16): 2521-2532.
- [6] 赵旭壮, 李明元. 动物性食品中磺胺类药物残留检测研究[J]. 中国食品卫生杂志, 2011, (24): 292-296.
Zhao XZ, Li MY. Development of sulfonamides residues detection in edible animal products [J]. Chin J Food Hyg, 2011, (24): 292-296.
- [7] 夏曦, 李晓薇, 丁双阳, 等. 液相色谱-高分辨质谱在兽药残留分析中的应用进展[J]. 质谱学报, 2011, 32(6): 333-340.
Xia X, Li XW, Ding SY, *et al.* Advances on application of liquid chromatography-high resolution mass spectrometry in veterinary drug residues analysis [J]. J Chin Mass Spectrom Soc, 2011, 32(6): 333-340.
- [8] 孙良娟, 李红权, 刘益锋, 等. 高效液相色谱-电喷雾串联质谱法测定水产品中 14 种喹诺酮类与磺胺类药物残留[J]. 化学试剂, 2012, 34(7): 633-636.
Sun LJ, Li HQ, Liu YF, *et al.* Determination of 14 quinolones and sulfonamides medicine residues in aquatic product using high performance liquid chromatography-electrospray ionization tandem mass spectrometry [J]. Chem Reag, 2012, 34(7): 633-636.
- [9] 庞国芳, 曹彦忠, 张进杰, 等. 液相色谱-串联质谱同时测定家禽组织中 16 种磺胺残留[J]. 分析化学, 2005, 33 (9): 1252-1256.
Pang GF, Cao YZ, Zhang JJ, *et al.* Simultaneous Determination of 16 Sulfonamides in Poultry Meat by High-Performance Liquid Chromatography-Tandem Mass Spectrometry [J]. Chin J Anal Chem, 2005, 33 (9): 1252-1256.
- [10] 郭伟, 张春晖, 周明超. 液相色谱-电喷雾质谱测定肉类中的磺胺类药物[J]. 食品与机械, 2006, 22(4): 84-87.
Guo W, Zhang CH, Zhou MC. Determination of sulfonamide in meat by liquid chromatography-electrospray-ionization/mass spectrometry [J]. Food Mach, 2006, 22(4): 84-87.

(责任编辑: 张宏梁)

作者简介

徐伟东, 博士, 硕士生导师, 主要研究方向为食品、药品和微生物检测。

E-mail: xuwd888@yahoo.com.cn

秦峰, 副主任药师, 主要研究方向为食品安全检测技术研究。

E-mail: sidcqinfeng@yahoo.com.cn