

液相色谱-串联质谱法检测蜂蜜中 15 种喹诺酮类和 17 种磺胺类药物残留

阚广磊, 王小娟, 魏洪涛, 柯丽群, 郑宇丽, 詹衬开, 陈冬艳, 吴奕煌, 李志超,
何宝欣, 曹维强, 王同珍*

(东莞市中鼎检测技术有限公司, 东莞 523000)

摘要: **目的** 建立同时测定蜂蜜中 15 种喹诺酮和 17 种磺胺类药物残留的液相色谱-串联质谱(liquid chromatography-tandem mass spectrometry, HPLC-MS/MS)检测方法。**方法** 样品经过磷酸盐缓冲溶液(pH=8)提取, 过 HLB(hydrophile-lipophile balance)固相萃取柱净化。以 CORTECS C₁₈ 色谱柱(2.1 mm×100 mm, 1.6 μm)分离, 以 5 mmol 乙酸铵、0.1%甲酸水(A)和 0.1%甲酸-乙腈(B)作为流动相进行梯度洗脱。质谱分析以电喷雾为离子源(electrospray ionization, ESI⁺), 采用多反应监测(multiple reaction monitoring, MRM)。**结果** 本方法在 15 min 内完成 32 种目标化合物的分离。15 种喹诺酮和 17 种磺胺类药物在 1.0、5.0 和 10.0 μg/kg 添加水平的回收率为 54.9%~122.5%, 相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)小于 18.7%(n=6), 方法检出限为 0.4 μg/kg, 定量限为 1.0 μg/kg。**结论** 该方法快速、准确、灵敏, 适合测定蜂蜜中喹诺酮和磺胺类药物残留。**关键词:** 蜂蜜; 液相色谱-串联质谱法; 喹诺酮; 磺胺

Simultaneous determination of 15 kinds of quinolone residues and 17 kinds of sulfonamide residues in honey by liquid chromatography-tandem mass spectrometry

KAN Guang-Lei, WANG Xiao-Juan, WEI Hong-Tao, KE Li-Qun, ZHENG Yu-Li,
ZHAN Chen-Kai, CHEN Dong-Yan, WU Yi-Huang, LI Zhi-Chao,
HE Bao-Xin, CAO Wei-Qiang, WANG Tong-Zhen*

(Consumer Testing Technology Co., Ltd., Dongguan 523000, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for the simultaneous determination of 15 kinds of quinolone residues and 17 kinds of sulfonamide residues in honey by liquid chromatography-tandem mass spectrometry (HPLC-MS/MS). **Methods** The honey samples were diluted by phosphate buffer solution (PH=8) followed by a further cleanup procedure with Oasis (HLB) SPE column, and were eluted by gradient of 5 mmol ammonium acetate, 0.1% formic acid (A) and 0.1% formic acid-acetonitrile (B) as the mobile phase, separated by CORTECS C₁₈ column (2.1 mm×100 mm, 1.6 μm). Mass spectrometry (MS) was used as ion source (ESI⁺) and multi-response monitoring (MRM). **Results** The separation of 32 target compounds were completed in 15 min. The recoveries of 15 kinds of quinolone residues and 17 kinds of sulfonamide residues at the levels of 1.0, 5.0 and 10.0 μg/kg were 54.9%~122.5%

*通讯作者: 王同珍, 硕士, 食品检测专员, 主要研究方向为食品分析与检测。E-mail: tongzhen.wang@cttlab.com

*Corresponding author: WANG Tong-Zhen, Master, Food Testing Specialist, Consumer Testing Technology Co., Ltd., Industrial North Road, Dongguan 523000, China. E-mail: tongzhen.wang@cttlab.com

and the relative standard deviations (RSDs) were less than 18.7% ($n=6$). The limit of detection was 0.4 $\mu\text{g/kg}$, and the limit of quantification was 1.0 $\mu\text{g/kg}$. **Conclusion** The established method is rapid, accurate and sensitive, which is suitable for the determination of quinolone and sulfonamide residues in honey.

KEY WORDS: honey; liquid chromatography-tandem mass spectrometry; quinolones; sulfonamides

1 引言

蜂蜜是蜜蜂采集花蜜而来,富含人体必需的各类营养物质,如葡萄糖、果糖、氨基酸、酶类、矿物质和抗氧化物等,是重要的天然食品^[1-4]。喹诺酮类药物是一类人工合成的广谱抗菌药^[5]。磺胺类药物是一类具有对氨基磺酰胺结构的抗菌药物的总称,具有抗菌谱广、性质稳定、疗效强、价廉等特点^[6-9]。在蜂蜜实际生产过程中,喹诺酮类和磺胺类药物可以防治蜂病、降低蜜蜂死亡,并且能够提高蜂蜜产能^[10]。磺胺类、喹诺酮类药物在动物体内代谢缓慢,容易产生蓄积和残留,过量会对人体造成潜在的危害,特别是机体对抗生素的耐药性^[11-15]。

本文建立了一种基于液相色谱-串联质谱法(liquid chromatography-tandem mass spectrometry, HPLC-MS/MS)的蜂蜜中喹诺酮类、磺胺类 32 种药物残留的同时检测的方法。蜂蜜样品通过磷酸盐缓冲溶液(pH=8)提取,过 HLB 固相萃取柱(hydrophilic-lipophilic balance solid-phase extraction column, HLB-SPE)净化,外标法定量。该方法快速、准确、灵敏,适用于蜂蜜中喹诺酮类和磺胺类药物残留的检测。

2 材料与方法

2.1 仪器与试剂

Waters H-Class/Waters TQD 超高效液相色谱-串联四级杆质谱联用仪(美国, Waters 公司)。

32 种标准物质(详见表 1)购自德国 Dr. Ehrenstorfer 公司; 甲醇、乙腈(色谱纯, 德国, Merck 公司); 甲酸、乙酸铵(LC/MS 级, 美国 Sigma 公司); HLB 固相萃取柱: Oasis HLB 6 cc/200 mg(美国 Waters 公司); 其余试剂均为分析纯。

2.2 试验方法

2.2.1 溶液的配制

标准储备液的配制: 分别准确称取 10 mg(精确至 0.1 mg)32 种喹诺酮和磺胺类药物标准品置于不同的 10 mL 容量瓶中。用甲醇溶解并定容至刻度,即得到浓度为 1.0 mg/mL 的标准储备液。

混合标准溶液中间液配制: 从每个标准储备液准确移取 100 μL 置于同一 10 mL 容量瓶中,用甲醇定容刻度,

得到浓度为 10 $\mu\text{g/mL}$ 的标准混合溶液。

使用前用 10% 的乙腈水稀释成适当浓度的混合标准溶液。

5 mmol 乙酸铵-0.1% 甲酸水溶液: 称取 0.385 g 乙酸铵于 1 L 容量瓶中,加入适量的水溶解,再加入 1.0 mL 甲酸,用水定容至刻度。

0.1% 甲酸乙腈: 取 1.0 mL 甲酸于 1000 mL 容量瓶中,用乙腈定容至刻度。

磷酸盐缓冲溶液: 称取 13.8 g 磷酸二氢钠(分析纯)于 950 mL 水中,用 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液条件 pH 值到 8.0(± 0.2),加水稀释至 1 L。

2.2.2 样品前处理

(1) 试样的提取

称取 5.0 g 蜂蜜试样至于 50 mL 具塞离心管中,加入 20 mL 磷酸盐缓冲溶液(pH=8),混匀,超声提取 15 min 后,待净化。

(2) 试样的净化

HLB 固相萃取小柱预先依次用 5 mL 甲醇、5 mL 水、5 mL 磷酸盐缓冲溶液淋洗活化。将(1)提取液转移至已活化的 HLB 固相萃取小柱上,弃去流出液,用 20 mL 水淋洗并抽干后,用 6 mL 甲醇洗脱,流速控制为 1~2 mL/min,收集洗脱液,在 50 $^{\circ}\text{C}$ 下氮吹至近干。用 2.0 mL 乙腈-水(1:9, V/V)溶液定容、混匀后,溶液过 0.22 μm 滤膜,供 LC-MS/MS 测定。

2.2.3 液相色谱和质谱条件

(1) 液相色谱条件

Waters CORTECS C_{18} 色谱柱(2.1 mm $\times$ 100 mm, 1.6 μm), 流动相: 5 mmol 乙酸铵、0.1% 甲酸水(A)-0.1% 甲酸乙腈(B), 流速 0.3 mL/min, 进样体积: 5 μL , 柱温: 40 $^{\circ}\text{C}$ 。液相色谱梯度洗脱程序: 0~1 min, 5%B; 2~10 min, 5%B~45%B; 10.1~10.5 min, 45%B~90%B; 10.5~12.5 min, 90%B; 12.51~12.6 min, 5%B; 12.6~15 min, 5%B。

(2) 质谱条件

电喷雾离子源(electrospray ionization, ESI), 正离子方式(ESI^+)扫描, 检测方式为多反应监测(multiple reaction monitoring, MRM)。毛细管电压(capillary): 0.5 kV; 脱溶剂气温度: 550 $^{\circ}\text{C}$; 脱溶剂气流速: 700 L/h。离子源温度: 150 $^{\circ}\text{C}$; 锥孔气流量: 50 L/h。

3 结果与讨论

3.1 质谱条件的优化

分别将 32 种喹诺酮和磺胺类化合物的标准溶液配制

成 1.0 $\mu\text{g/mL}$ 浓度的标准溶液, 以 5 $\mu\text{L/min}$ 的流速注入质谱仪, 首先在正离子扫描模式下, 确定目标化合物的分子离子、定性及定量离子并优化质谱的各参数, 32 种化合物质谱参数优化结果见表 1。

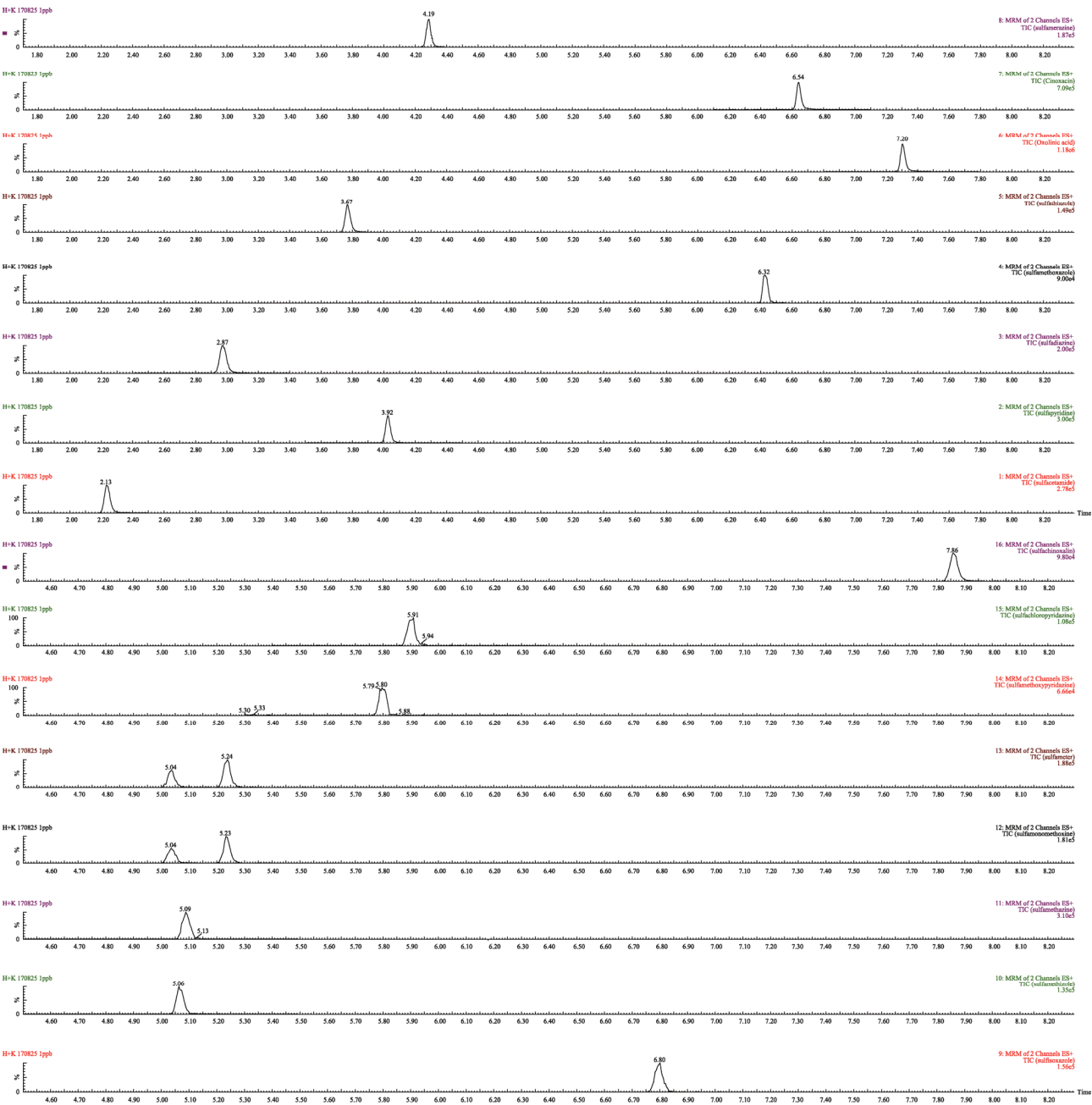
表 1 32 种禁用组分的质谱分析参数
Table 1 MS parameters of 32 kinds of forbidden components

化合物	分子式	保留时间 (min)	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	碰撞能量 (V)	锥孔电压 (V)
依诺沙星(enoxacin)	$\text{C}_{15}\text{H}_{17}\text{FN}_4\text{O}_3$	4.82	321.1	303.1,234.1	16,21	40
氟罗沙星(fleroxacin)	$\text{C}_{17}\text{H}_{18}\text{F}_3\text{N}_3\text{O}_3$	4.96	370.2	326.1,269.1	18,26	45
氧氟沙星(ofloxacin)	$\text{C}_{18}\text{H}_{20}\text{FN}_3\text{O}_4$	5.03	362.1	318.1,261.1	18,26	40
诺氟沙星(norfloxacin)	$\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{FN}_3\text{O}_3$	4.99	320.1	276.2,233.2	15,22	45
培氟沙星(pefloxacin)	$\text{C}_{17}\text{H}_{20}\text{FN}_3\text{O}_3$	5.12	334.1	290.2,233.1	16,23	40
环丙沙星(ciprofloxacin)	$\text{C}_{17}\text{H}_{18}\text{FN}_3\text{O}_3$	5.17	332.1	288.2,245.1	16,22	40
恩诺沙星(enrofloxacin)	$\text{C}_{19}\text{H}_{22}\text{FN}_3\text{O}_3$	5.62	360.1	316.2,342.2	18,21	40
沙拉沙星(sarafloxacin)	$\text{C}_{20}\text{H}_{17}\text{F}_2\text{N}_3\text{O}_3$	6.11	386.1	342.2,299.2	16,25	45
双氟沙星(difloxacin)	$\text{C}_{21}\text{H}_{19}\text{F}_2\text{N}_3\text{O}_3$	6.20	400.1	356.1,299.1	18,28	50
莫西沙星(moxifloxacin)	$\text{C}_{21}\text{H}_{24}\text{FN}_3\text{O}_4$	6.71	402.1	358.1,110.1	18,25	50
西诺沙星(cinoxacin)	$\text{C}_{12}\text{H}_{10}\text{N}_2\text{O}_5$	6.54	263.1	245.1,189.1	15,27	30
丹诺沙星(danofloxacin)	$\text{C}_{19}\text{H}_{20}\text{FN}_3\text{O}_3$	5.45	358.1	340.2,283.2	20,22	45
司帕沙星(sparfloxacin)	$\text{C}_{19}\text{H}_{22}\text{F}_2\text{N}_4\text{O}_3$	6.26	393.2	349.2,292.2	18,24	50
洛美沙星(lomefloxacin)	$\text{C}_{17}\text{H}_{19}\text{F}_2\text{N}_3\text{O}_3$	5.40	352.1	308.2,265.2	16,22	45
恶喹酸(oxolinic acid)	$\text{C}_{13}\text{H}_{11}\text{NO}_5$	7.20	262.1	244.1,216.1	16,26	35
磺胺醋酰(sulfacetamide)	$\text{C}_8\text{H}_{10}\text{N}_2\text{SO}_3$	2.13	215	156,108	10,20	25
磺胺甲噻二唑(sulfamethizole)	$\text{C}_9\text{H}_{10}\text{N}_4\text{O}_2\text{S}_2$	5.06	271	156,108	12,22	30
磺胺二甲异恶唑(sulfisoxazole)	$\text{C}_{11}\text{H}_{13}\text{N}_3\text{O}_3\text{S}$	6.80	268.05	156,113	12,16	30
磺胺氯哒嗪(sulfachloropyridazine)	$\text{C}_{10}\text{H}_9\text{ClN}_4\text{O}_2\text{S}$	5.91	285	156,108	13,22	35
磺胺嘧啶(sulfadiazine)	$\text{C}_{10}\text{H}_{10}\text{N}_4\text{O}_2\text{S}$	2.87	251	156,108	15,22	35
磺胺甲恶唑(sulfamethoxazole)	$\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{N}_3\text{O}_3\text{S}$	6.32	254	156,147.1	15,15	30
磺胺噻唑(sulfathiazole)	$\text{C}_9\text{H}_9\text{N}_3\text{O}_2\text{S}_2$	3.67	256	156,108	15,20	30
磺胺对甲氧嘧啶(sulfameter)	$\text{C}_{11}\text{H}_{12}\text{N}_4\text{O}_3\text{S}$	5.04	281.05	156,215	15,16	35
磺胺甲基嘧啶(sulfamerazine)	$\text{C}_{11}\text{H}_{12}\text{N}_4\text{O}_2\text{S}$	4.19	265	156,172	15,16	35
磺胺邻二甲氧嘧啶(sulfadoxin)	$\text{C}_{12}\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}_4\text{S}$	6.43	311	156,108	16,25	40
磺胺吡啶(sulfapyridine)	$\text{C}_{11}\text{H}_{11}\text{N}_3\text{O}_2\text{S}$	3.92	250	156,184.1	16,16	35
磺胺间甲氧嘧啶(sulfamonomethoxine)	$\text{C}_{11}\text{H}_{12}\text{N}_4\text{O}_3\text{S}$	5.23	281	156,215	16,16	35
磺胺甲氧哒嗪(sulfamethoxypyridazine)	$\text{C}_{11}\text{H}_{12}\text{N}_4\text{O}_3\text{S}$	5.80	281.1	156,215	16,15	35
磺胺二甲嘧啶(sulfamethazine)	$\text{C}_{12}\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}_2\text{S}$	5.09	279.1	156,186	18,16	35
磺胺苯吡唑(sulfaphenazole)	$\text{C}_{15}\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}_2\text{S}$	7.88	315.1	156,160.1	20,20	45
磺胺间二甲氧嘧啶(sulfadimethoxine)	$\text{C}_{12}\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}_4\text{S}$	7.77	311.1	156,218	18,18	45
磺胺喹恶林(sulfachinoxalin)	$\text{C}_{14}\text{H}_{12}\text{N}_4\text{O}_2\text{S}$	7.86	301.1	156,108	15,22	40

3.2 线性范围与检出限

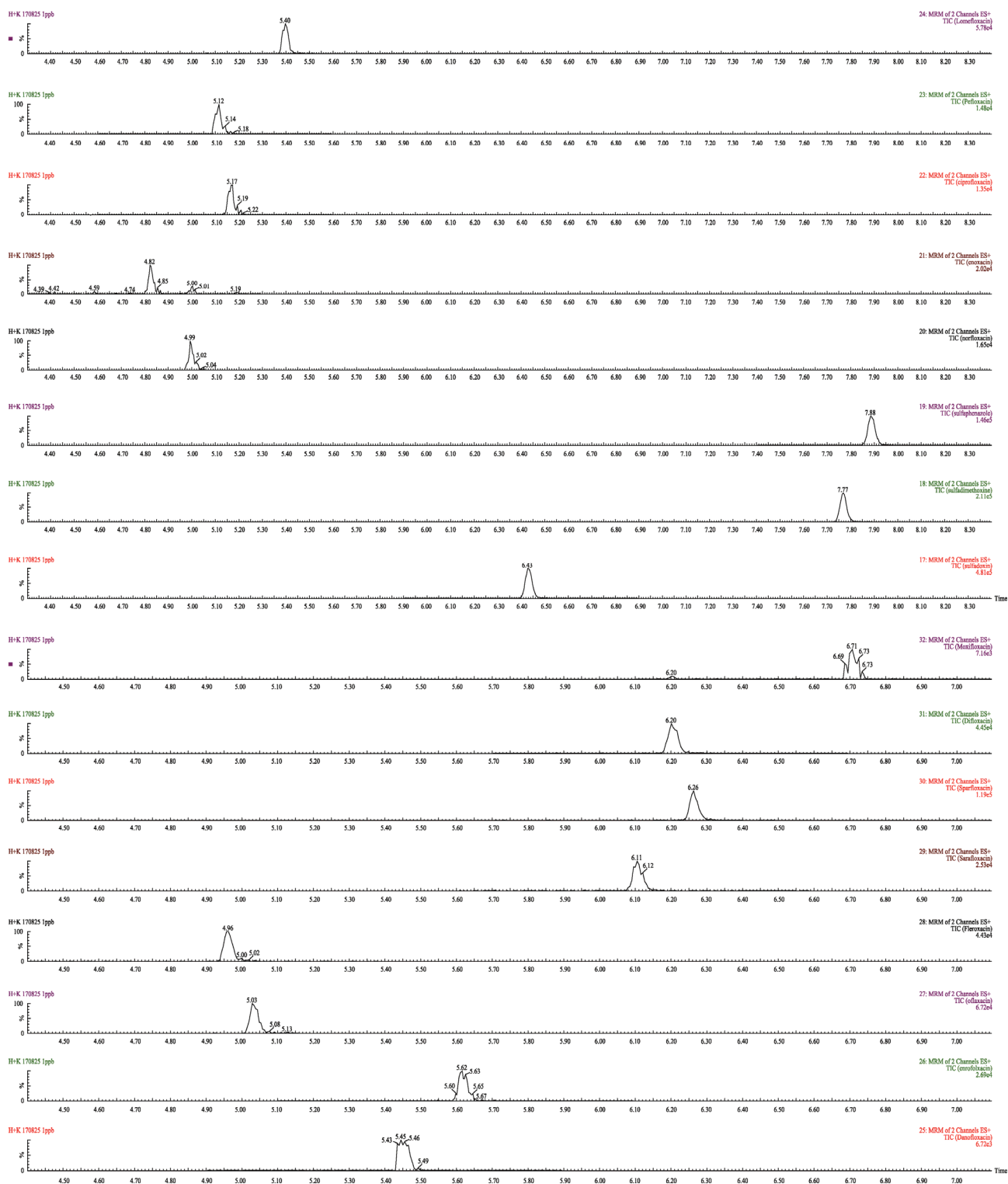
将 32 种喹诺酮和磺胺类药物标准储备液分别配制成 1.0、2.0、5.0、10.0、50.0、100.0 $\mu\text{g/L}$ 的溶液进行检测, 各类药物的检出限为 0.4 $\mu\text{g/kg}$, 定量限为 1.0 $\mu\text{g/kg}$, 线性范围为 1~100 $\mu\text{g/L}$, 对应化合物的

线性方程、相关系数见表 2, 以峰面积为纵坐标, 标准溶液质量浓度作为横坐标, 绘制标准曲线, 各药物线性方程相关系数 $r > 0.995$ 。曲线最低点 1.0 $\mu\text{g/L}$ 磺胺类和喹诺酮类混合标准工作液的图谱见图 1。



1.磺胺醋酰; 2.磺胺吡啶; 3.磺胺嘧啶; 4.磺胺甲恶唑; 5.磺胺噻唑; 6.恶唑酸; 7.西诺沙星; 8.磺胺甲基嘧啶; 9.磺胺二甲异恶唑; 10.磺胺甲噻二唑; 11. 磺胺二甲嘧啶; 12.磺胺间甲氧嘧啶; 13.磺胺对甲氧嘧啶; 14.磺胺甲氧吡嗪; 15.磺胺氯吡嗪; 16.磺胺喹恶林; 17.磺胺邻二甲氧嘧啶; 18.磺胺间二甲氧嘧啶; 19.磺胺苯吡唑; 20.诺氟沙星; 21.依诺沙星; 22.环丙沙星; 23.培氟沙星; 24.洛美沙星; 25.丹诺沙星; 26.恩诺沙星; 27.诺氟沙星; 28.氟罗沙星; 29.沙拉沙星; 30.司帕沙星; 31.双氟沙星; 32.莫西沙星

图 1 磺胺类和喹诺酮类混合标准工作液的色谱图
Fig. 1 Chromatograms of mixed standard working solution of sulfonamides and quinolones



1.磺胺醋酰; 2.磺胺吡啶; 3.磺胺嘧啶; 4.磺胺甲恶唑; 5.磺胺噻唑; 6.恶唑酸; 7.西诺沙星; 8.磺胺甲基嘧啶; 9.磺胺二甲异恶唑; 10.磺胺甲噻二唑; 11.磺胺二甲嘧啶; 12.磺胺间甲氧嘧啶; 13.磺胺对甲氧嘧啶; 14.磺胺甲氧哒嗪; 15.磺胺氯哒嗪; 16.磺胺喹恶林; 17.磺胺邻二甲氧嘧啶; 18.磺胺间二甲氧嘧啶; 19.磺胺苯吡唑; 20.诺氟沙星; 21.依诺沙星; 22.环丙沙星; 23.培氟沙星; 24.洛美沙星; 25.丹诺沙星; 26.恩诺沙星; 27.诺氟沙星; 28.氟罗沙星; 29.沙拉沙星; 30.司帕沙星; 31.双氟沙星; 32.莫西沙星

图 1 磺胺类和喹诺酮类混合标准工作液的色谱图

Fig. 1 Chromatograms of mixed standard working solution of sulfonamides and quinolones

表 2 各类药物的工作曲线及相关系数 Table 2 Calibration curves and correlation coefficients of all kinds of drug		
化合物	线性方程	相关系数
依诺沙星	$Y=118.4013X-27.8979$	0.999
氟罗沙星	$Y=666.6873X+369.1804$	0.997
氧氟沙星	$Y=1096.7085X+184.6246$	0.998
诺氟沙星	$Y=164.6271X-22.2046$	0.998
培氟沙星	$Y=829.9481X-129.7545$	0.999
环丙沙星	$Y=111.4724X-7.3611$	0.997
恩诺沙星	$Y=1024.4565X-119.7123$	0.999
沙拉沙星	$Y=46.2729X-0.9026$	0.996
双氟沙星	$Y=1425.7163X+131.2712$	0.999
莫西沙星	$Y=2065.8302X+556.9245$	0.999
西诺沙星	$Y=4320.1775X+888.1954$	0.999
丹诺沙星	$Y=626.3795X+126.5590$	0.997
司帕沙星	$Y=757.6274X+180.2884$	0.998
洛美沙星	$Y=615.3109X-0.9526$	0.996
恶喹酸	$Y=8.4086X+8.2526$	0.995
磺胺醋酰	$Y=3393.5681X+1294.5196$	0.997
磺胺甲噁二唑	$Y=639.6173X+33.7844$	0.999
磺胺二甲异恶唑	$Y=1184.6753X+14.3326$	0.999
磺胺氯哒嗪	$Y=825.4506X+103.1328$	0.999
磺胺嘧啶	$Y=1655.5748X+281.8412$	0.999
磺胺甲恶唑	$Y=1067.3624X+520.8892$	0.997
磺胺噻唑	$Y=1514.0261X+133.7120$	0.999
磺胺对甲氧嘧啶	$Y=6972.8765X+1128.3406$	0.999

续表 2		
化合物	线性方程	相关系数
磺胺甲基嘧啶	$Y=1364.8308X+226.4277$	0.999
磺胺邻二甲氧嘧啶	$Y=4330.7666X+1587.6866$	0.999
磺胺吡啶	$Y=949.5164X+106.2885$	0.999
磺胺间甲氧嘧啶	$Y=4690.1198X+684.0634$	0.999
磺胺甲氧哒嗪	$Y=1897.7495X+92.6588$	0.999
磺胺二甲嘧啶	$Y=1428.6251X+150.0740$	0.999
磺胺苯吡唑	$Y=761.6859X+448.2776$	0.998
磺胺间二甲氧嘧啶	$Y=2368.7141X+533.2240$	0.999
磺胺喹恶林	$Y=826.6982X+88.8601$	0.999

3.3 回收率与精密度

选用不含本文所测 32 种药物阴性蜂蜜样品进行 3 个浓度水平的加标回收试验。各药物的加标量见表 3。每个浓度的加标试验做 6 个平行样，相应的回收率取平均值，结果见表 3。

3.4 实际样品的测定

用本方法对 35 批次蜂蜜样品进行检测，没有检出阳性样品。

4 结 论

本研究建立了一种高效液相色谱-电喷雾电离串联质谱法测定蜂蜜中喹诺酮类、磺胺类 32 种药物残留量。喹诺酮类、磺胺类 32 种药物在 1.0.0~100.0 μg/L 的系列浓度范围内线性良好，相关系数 r 均大于 0.995；方法检出限为 0.4 μg/kg，方法的定量限为 1.0 μg/kg。加标水平在 1.0~10.0 μg/kg 的范围内，蜂蜜基质中平均回收率在 54.9%~122.5% 之间，相对标准偏差小于 18.7%。该方法快速、准确、灵敏，适合测定蜂蜜中喹诺酮和磺胺类药物残留。

表 3 阴性蜂蜜样品中喹诺酮和磺胺类药物的平均回收率和相对标准偏差($n=6$) Table 3 Average recoveries and relative standard deviations of quinolones and sulfonamides in negative honey samples ($n=6$)						
化合物	1.0(μg/kg)		5.0(μg/kg)		10.0(μg/kg)	
	回收率(%)	RSD(%)	回收率(%)	RSD(%)	回收率(%)	RSD(%)
依诺沙星	96.2	10.3	68.2	14.5	79.9	6.9
氟罗沙星	58.4	8.7	70.4	6.4	85.5	3.2
氧氟沙星	67.4	5.5	70.1	9.7	82.8	10.8
诺氟沙星	75.8	8.8	71.5	9.7	79.9	13.5
培氟沙星	73.0	15.7	70.8	6.9	80.9	9.6
环丙沙星	78.8	10.5	65.2	5.3	79.3	7.8

续表 3

化合物	1.0(μg/kg)		5.0(μg/kg)		10.0(μg/kg)	
	回收率(%)	RSD(%)	回收率(%)	RSD(%)	回收率(%)	RSD(%)
恩诺沙星	79.9	5.5	70.6	5.1	82.6	9.9
沙拉沙星	73.9	16.6	67.9	14.8	88.1	10.8
双氟沙星	92.3	8.1	73.2	13.5	84.6	2.8
莫西沙星	101.4	5.5	80.3	8.1	88	6.9
西诺沙星	77.0	7.3	71.2	9.8	78.0	5.2
丹诺沙星	82.9	9.2	80.6	11.5	91.6	6.7
司帕沙星	97.0	7.9	79.9	18.7	84.8	5.8
洛美沙星	88.0	4.8	73.7	9.3	83.6	6.5
恶喹酸	62.3	15.4	94.4	6.9	98.2	7.5
磺胺醋酰	119.5	3.5	79.8	5.4	88.0	6.1
磺胺甲噁二唑	74.2	4.9	86.8	6.5	88.5	5.4
磺胺二甲异恶唑	78.3	11.5	85.0	9.3	57.8	9.8
磺胺氯哒嗪	73.4	15.4	83.0	8.4	91.0	6.0
磺胺嘧啶	73.2	13.5	81.8	8.5	90.5	6.7
磺胺甲恶唑	73.2	6.5	80.0	8.7	89.8	4.9
磺胺噻唑	69.0	9.0	83.4	3.8	89.9	9.7
磺胺对甲氧嘧啶	54.9	3.5	81.2	6.5	111.4	8.0
磺胺甲基嘧啶	69.7	5.5	81.2	6.8	89.6	3.2
磺胺邻二甲氧嘧啶	71.8	4.7	83.5	8.8	112.0	5.2
磺胺吡啶	73.3	5.3	83.8	11.5	90.2	9.6
磺胺间甲氧嘧啶	72.2	12.1	84.7	10.7	88.4	8.9
磺胺甲氧哒嗪	73.5	13.2	81.9	11.5	88.1	8.3
磺胺二甲嘧啶	69.0	10.9	79.2	6.5	88.4	12.5
磺胺苯吡唑	78.1	11.8	85.0	9.7	122.5	12.5
磺胺间二甲氧嘧啶	76.3	6.8	81.4	7.1	110.7	8.5
磺胺喹恶林	70.7	6.5	79.4	8.2	88.9	3.4

参考文献

[1] 张中印, 赵柳微, 曹葳蕤, 等. QuEChERS 前处理方法结合高效液相-串联质谱测定蜂蜜和蜂王浆中 14 种喹诺酮类药物残留[J]. 食品科学, 2016, 37(16): 242–248.
Zhang ZY, Zhao LW, Cao WR, *et al.* Simultaneous determination of fluoroquinolone residues in honey and royal jelly by QuEChERS and high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Food Sci, 2016, 37(16): 242–248.

[2] 裴高璞, 史波林, 赵镭, 等. 蜂蜜质量市场动态及掺假检测方法现状分析[J]. 食品科学, 2013, 34(15): 329–336.
Pei GP, Shi BL, Zhao L, *et al.* Current situation analysis of quality market dynamics and detection methods for honey adulteration [J]. Food Sci, 2013, 34(15): 329–336.

[3] Floral classification of honey using liquid chromatography-diode array detection-tandem mass spectrometry and chemometric analysis [J]. Food Chem, 2014, 145(4): 941–949.

[4] 雷美康, 彭芳, 祝子铜, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法同时测定蜂蜜中雷公藤红素和雷公藤次碱[J]. 食品科学, 2015, 36(12): 218–220.
Lei MK, Peng F, Zhu ZT, *et al.* Determination of Triptolide and Wilforine in honey by ultra performanceliquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Food Sci, 2015, 36(12): 218–220.

[5] 丁涛, 沈东旭, 徐锦忠, 等. 高效液相色谱法-串联质谱法测定蜂蜜中残留的 19 种喹诺酮类药物[J]. 色谱, 2009, 27(1): 34–38.

- Ding T, Shen DX, Xu JZ, *et al.* Simultaneous determination of 19quinolone residues in honey using high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Chin J Chromatogr*, 2009, 27(1): 34–38.
- [6] 徐慧, 陈燕, 王柯, 等. 液相色谱-串联质谱法同时测定蜂蜜中 17 种磺胺类药物的残留量[J]. *食品安全质量检测学报*, 2016, 7(7): 2727–2734.
- Xu H, Chen Y, Wang K, *et al.* Simultaneous determination of 17 kinds of sulfonamides in honey by liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2016, 7(7): 2727–2734.
- [7] 赵鹏, 刘鑫, 孙希彦, 等. HPLC-MS/MS 法测定水产品中 14 种磺胺类药物[J]. *食品研究与开发*, 2013, 34(23): 80–83.
- Zhao P, Liu X, Sun XY, *et al.* Determination of 14 kinds of sulfonamide in aquatic products by HPLC-MS/MS [J]. *Food Res Dev*, 2013, 34(23): 80–83.
- [8] 贡松松, 顾欣, 曹慧, 等. 超高效液相色谱-四极杆飞行时间质谱法快速筛查生鲜牛乳中的 14 种磺胺类药物[J]. *分析测试学报*, 2014, 33(12): 1342–1348.
- Gong SS, Gu X, Cao H, *et al.* Rapid screening of 14 sulfonamides in raw milk by ultra performance liquid chromatography time-of-flight mass spectrometry [J]. *J Instrum Anal*, 2014, 33(12): 1342–1348.
- [9] 刘洪斌, 姚喜梅, 蔡英华, 等. UPLC-MS/MS 检测鸡蛋中 16 种磺胺类药物残留[J]. *分析试验室*, 2015, 34(10): 1141–1144.
- Liu HB, Yao XM, Cai YH, *et al.* Determination of 16 kinds of sulfonamide in eggs by UPLC-MS/MS [J]. *Chin J Anal Lab*, 2015, 34(10): 1141–1144.
- [10] 盛雪飞, 李小平, 姚珊珊, 等. 超快速液相色谱-串联质谱联用法测定蜂蜜中 20 种痕量磺胺类药物残留研究[J]. *中国卫生检验杂志*, 2010, 20(11): 2690–2697.
- Sheng XF, Li XP, Yao SS, *et al.* Simultaneous determination of twenty trace sulfonamides residues in honey by ultra-fast liquid chromatography coupled with andem mass spectrometry [J]. *Chin J Health Lab Technol*, 2010, 20(11): 2690–2697.
- [11] 吕斌. 蜂王浆中 9 种磺胺类药物残留测定方法研究[J]. *食品研究与开发*, 2015, 36(22): 131–133.
- Lu B. Research of determination of nine sulfonamides residue in royal jelly [J]. *Food Res Dev*, 2015, 36(22): 131–133.
- [12] 许旭, 耿丹丹, 肖远灿, 等. 改良 QuEChERS/HPLC-光化学在线衍生荧光检测法测定猪肉中 18 种磺胺类药物残留量[J]. *分析测试学报*, 2015, 34(07): 807–812.
- Xu X, Geng DD, Xiao YC, *et al.* Determination of 18 sulfonamide residues in pork by modified quenchers/hplc with online photochemical derivatization and fluorescence detection [J]. *J Instrum Anal*, 2015, 34(07): 807–812.
- [13] 高小龙, 赵海福. HPLC 法测定猪肉中磺胺类药物残留[J]. *中兽医医药杂志*, 2013, (6): 58–61.
- Gao XL, Zhao HF. Determination of sulfonamide residues in pork by HPLC [J]. *J Tradit Chin Vet Med*, 2013, (6): 58–61.
- [14] 董琴芳. 动物性食品中 14 种磺胺类药物残留的同步测定液相紫外法[J]. *世界最新医学信息文摘*, 2015, 15(45): 148–148.
- Dong QF. Simultaneous determination of 14 kinds of residues in animal foods by liquid phase ultraviolet method [J]. *World Latest Med Inf*, 2015, 15(45): 148–148.
- [15] 张元, 李伟青, 周伟娥, 等. 食品中磺胺类药物前处理及检测方法研究进展[J]. *食品科学*, 2015, 36(23): 340–346.
- Zhang Y, Li WQ, Zhou WE, *et al.* Progress in sample pretreatment and analytical techniques for the determination of sulfonamide residues in foods [J]. *Food Sci*, 2015, 36(23): 340–3446.

(责任编辑: 武英华)

作者简介



阚广磊, 食品检测专员, 主要研究方向为食品分析与检测。

E-mail: guanglei_kan@cttlab.com



王同珍, 食品检测专员, 主要研究方向为食品分析与检测。

E-mail: tongzhen.wang@cttlab.com