

动物源性样品中磺胺类药物的检测 (SPE-LC/MS)

使用 200mg 6mL HyperSep Retain-PEP 固相萃取柱 (部件号: 60107-212)

样品制备

将猪肉、鸡肉和蛋，搅碎、混匀，精密称取 5g，置于 50mL 离心管中，加入 100μL，1μg/mL¹³C-磺胺甲恶唑再加入 20g 无水硫酸钠和 20mL 乙腈（蛋液样品加 25g 无水硫酸钠，且无水硫酸钠与乙腈均在临匀质前加入），匀质 2 分钟，3000r/min 离心 10 分钟，取上层清液于另一离心管中，加入 10mL 正己烷，涡流 30s，弃去正己烷层，加入 10mL 乙酸乙酯萃取，将乙酸乙酯层液转入 100mL 旋转发瓶中，样品再用 10mL 乙酸乙酯萃取 1 次，合并萃取液。在 40℃ 下浓缩萃取液至 0.5mL 左右，用 4mL 超纯水溶解用于固相萃取。

活化

6mL 甲醇，6mL 水

上样

样品

清洗

2mL 水，抽干柱子 5min

洗脱

6mL 甲醇溶液，6mL 乙酸乙酯，1~2mL/min

LC/MS 方法

色谱柱

Hypersil Gold, 5μm, 2.1×150mm

货号

25005-152130

流动相

A: 甲醇；B: 0.1% 甲酸、2mM 甲酸铵水溶液

梯度洗脱程序

表 1. 流动相梯度洗脱条件

时间 (min)	0	1	7	9	12	12.1	12.3	14.8	15
A	10	10	35	70	70	10	10	10	10
B	90	90	65	30	30	90	90	90	90
流速 (μL/min)	250	250	250	250	250	250	300	300	250

进样量

10μL

流速

250μL/min

MS 条件

电喷雾电离源 (ESI)，正离子模式

选择反应监控 (SRM) 扫描模式

喷雾电压

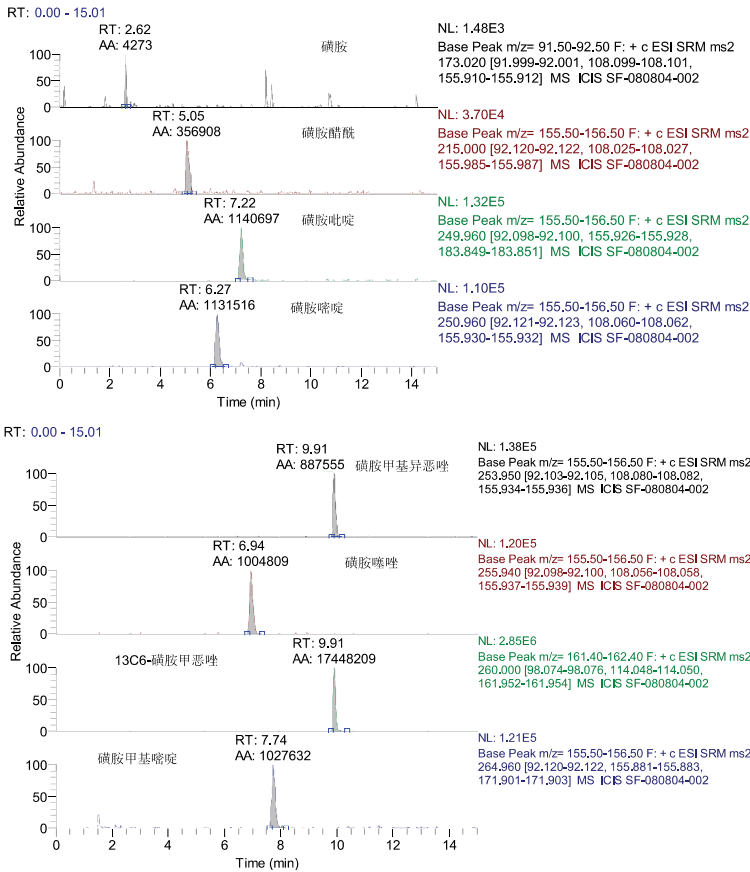
4500V

离子传输管温度

350℃

结果

1. 典型 LC/MS/MS 色谱图



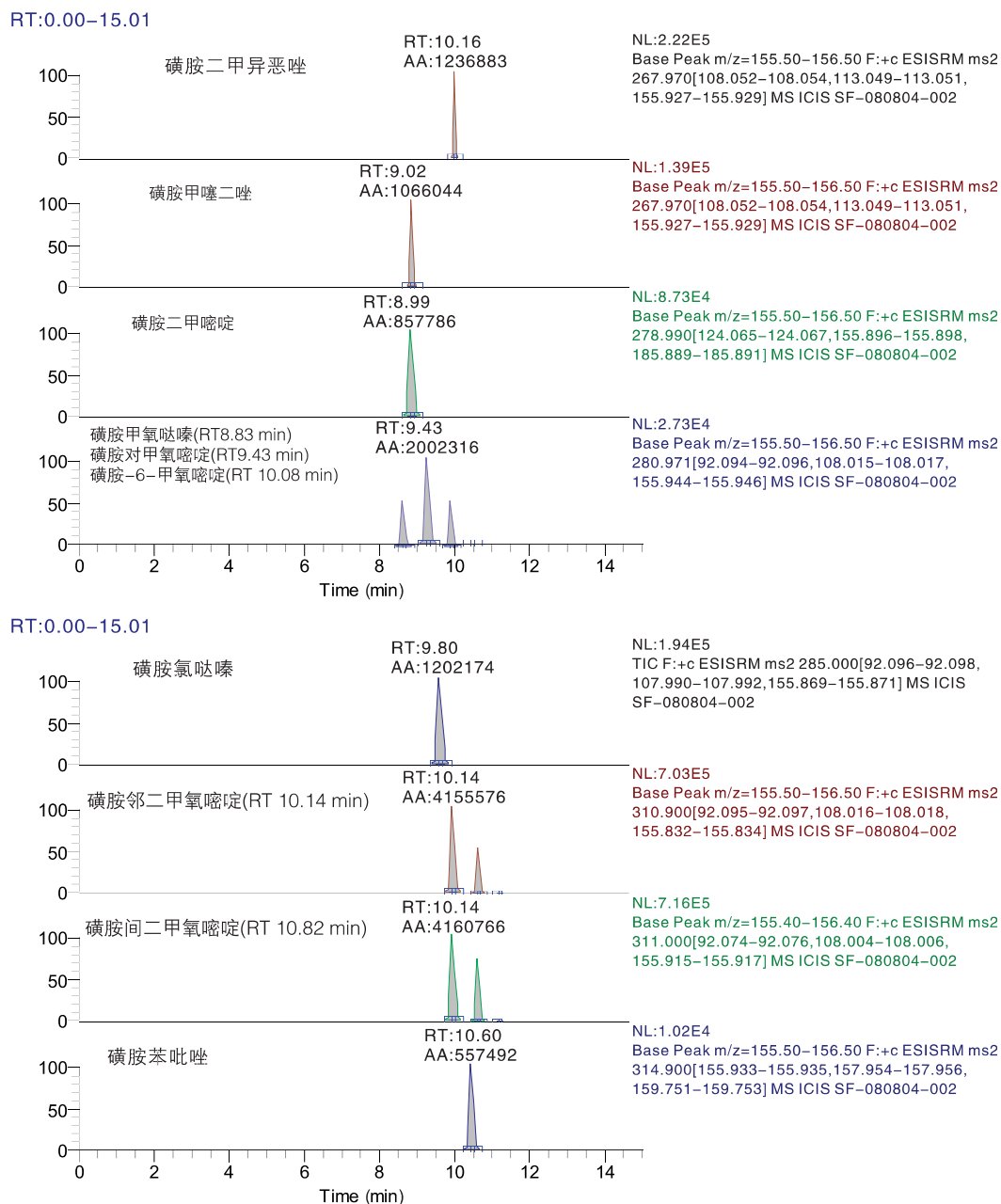


图 1. 17 种磺胺类化合物和内标的 2 μ g/kg 添加到基质样品中的 LC/MC/MS 色谱图

2. 本方法测定十七种磺胺类抗生素，在猪肉、鱼肉和蛋中，定量限为 2 μ g/kg。
3. 本方法提取回收率在 50%-114%。