

动物源性样品中喹诺酮类药物的检测 (SPE-HPLC,LC/MS)

使用 200mg 6mL HyperSep Retain-AX 固相萃取柱 (部件号: 60107-412)

样品制备

样品切碎匀浆, 2g 中加入 30mL 50mM 磷酸盐缓冲液 (pH7.4) 超声, 离心取上清。

活化

6mL 甲醇, 6mL 5M NaOH 水, 6mL 水

上样

5mL, 1-2mL/min

清洗

6mL 5% 氨水, 1mL 甲醇

洗脱

6mL 4% 甲酸的甲醇溶液, 氮气吹干, 0.4mL 流动相溶解

HPLC 方法

色谱柱

Hypersil Gold aQ, 5 μ m, 150 \times 4.6mm

货号

25305-154630

流动相

甲醇 (A), 10mM KH₂PO₄ (pH3) (B)

洗脱流程: 20%A~35%A (0~30min)

流速

1mL/min

检测

UV@280nm

柱温

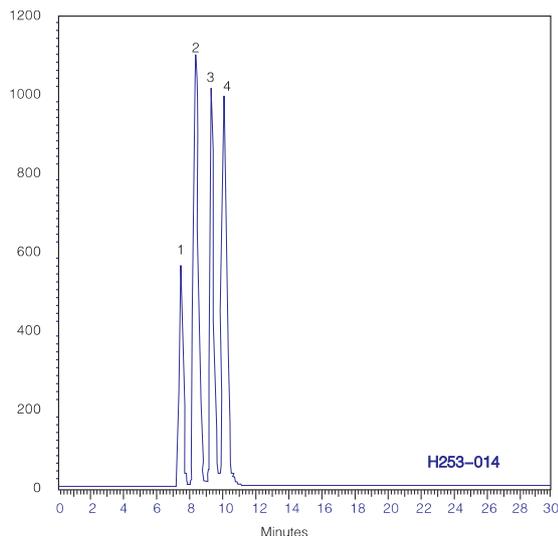
35

进样量

5 μ L

结果

典型 HPLC 色谱图



1. 氧氟沙星; 2. 诺氟沙星; 3. 环丙沙星; 4. 恩氟沙星

LC/MS 方法

色谱柱

Thermo Scientific Hypersil GOLD 2.1 \times 50 mm, 3 μ m

货号

25003-052130

流动相

A: 水 (0.5% 甲酸) B: 甲醇 / 乙腈 (0.5% 甲酸, 1:1 V/V)

进样量

20 μ L

流速

300 μ L/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

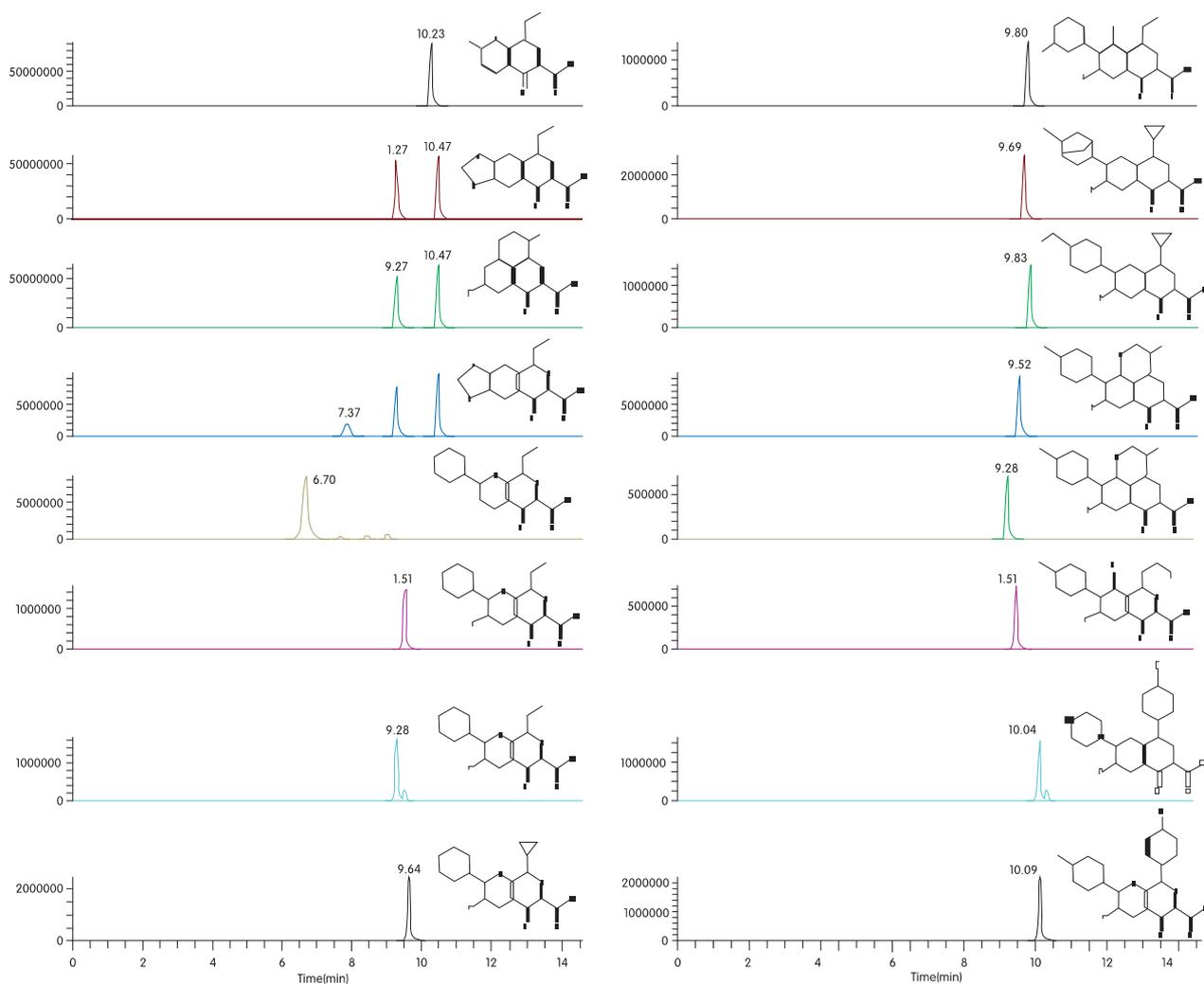
3000V

离子传输管度

350

结果

1.16 种喹诺酮类化合物的 LC/MS 图



各种被分析物代表性 SRM 谱图 (含量 20 μ g/kg)

2. 回收率: 本方法萘啶酸, 恶喹酸, 氟甲喹, 西诺沙星, 吡哌酸, 诺氟沙星, 依诺沙星, 环丙氟哌酸, 洛美沙星, 达氟沙星, 恩诺沙星, 氧氟沙星, 马波沙星, 氟罗沙星, 沙氟沙星, 双氟沙星药物在猪、牛、羊的肝脏, 水产品中的提取回收率均可达 60-110 %。