

Copure® 磺胺专用净化管 QuEChERS 方法对猪肉中 19 种磺胺类兽药残留的 UPLC-MS-MS 测定

磺胺类药物廉价且高效，常用于生猪的疾病防治，有时甚至作为饲料添加剂用来促生长或增产，但是过量使用会导致其在猪肉中残留。研究显示，磺胺类药物代谢时间长且有蓄积，食用磺胺类药物残留的生鲜猪肉存在极大的健康风险。猪肉中脂质含量在 20%~30%，磷脂含量在 1%~3%，在对这类高脂质样品进行检测和分析时，共萃取的磷脂会在色谱柱上聚集，影响色谱柱使用寿命；同时磷脂会使质谱信号产生离子抑制，导致质谱分析中的低回收率，进而影响仪器分析的灵敏度和方法的重现性，这给我们对高脂质样品进行兽药残留检测提出了更高要求。

为了应对这一挑战，逗点生物采用最新研发的磷脂去除磺胺专用 QuEChERS 净化管，能够有效实现样品中的磷脂去除和脂质吸附。建立了采用 QuEChERS 方法检测猪肉中 19 种磺胺类兽药残留的 LC-MS/MS 方法。该方法（5 ng/g 和 10 ng/g）两个水平的加标回收率均在 60-120 % 之间，RSD 小于 10 %，操作简便快捷，与国内外的竞品相比，具有较高的回收率和良好的磷脂去除和脂质净化效果，能够作为猪肉中磺胺类兽药残留检测的参考方法。

一、样品前处理

1.1 样品提取

1) 将猪肉样品粉碎均匀，称取 2.0 g 猪肉于 50 mL 离心管中，加入 4 mL 水，涡旋混匀 2 min；再加 10 mL 1% 乙酸乙腈涡旋混匀 10 min；之后再加入 QuEChERS 盐包（Cat. No. COQ050050H），涡旋 2 min，在 4℃ 下 5000 r/min 离心 5 min。静置 15 min，上层乙腈层待净化。

1.2 样品净化

1) 取待净化的上层乙腈层 6 mL 于 15 mL 磺胺专用 QuEChERS 净化管（Cat. No. COQ015427）中，涡旋 2 min，5000 r/min 离心 5 min。

2) 取上清液 4 mL 乙腈层转移至另一试管中，40℃ 下氮气吹干，用含 0.1 % 甲酸的甲醇 - 水溶液（水：甲醇 = 9:1 溶液）定容至 1 mL，过 0.22 μm 滤膜，待上机测试。

二、仪器条件

1) 色谱条件

仪器：UPLC-MS/MS (Thermo Fisher TSQ Endura)

色谱柱：Commasil® 兽残专用柱 (2.1 mm×100 mm, 3 μm)

流动相：A：水 (0.1 % 甲酸)

B：含 0.1 % 甲酸的甲醇 - 乙腈溶液 (甲醇：乙腈 = 2:8)

洗脱方式：梯度洗脱，见表 1

流速：0.3 mL/min

柱温：35℃

进样量：10 μL

表 1 梯度洗脱程序

时间/min	A/%	B/%
0	98	2
3.0	90	10
8.0	65	35
10.0	20	80
11.0	5	95
12.0	98	2
14.0	98	2

2) 色谱条件

离子源：HESI

电喷雾电压：3500 V

鞘气压力：40 arb

辅气压力：2 arb

离子传输管：380 °C

辅气温度：350 °C

表 2 组分名称、保留时间及特征离子一览表 (* 为定量离子)

序号	名称	保留时间/min	母离子	子离子
1	乙酰磺胺	3.41	215.0	108.0、155.9*
2	磺胺吡啶	4.97	250.1	155.8*、183.9
3	磺胺嘧啶	4.06	251.1	92.1、155.9*
4	磺胺甲恶唑	7.75	254.0	108.1、155.9*
5	磺胺噻唑	4.88	256.0	155.9*、92.1
6	磺胺甲基嘧啶	5.27	265.1	155.8*、171.8
7	磺胺二甲异恶唑	8.18	268.0	113.0、155.8*
8	磺胺甲噻二唑	6.38	271.0	92.1、155.9*
9	苯砒磺胺	8.65	277.0	107.9、155.9*
10	磺胺二甲异嘧啶	3.56	279.1	124.0*、185.8
11	磺胺二甲嘧啶	6.11	279.1	155.8、185.8*
12	磺胺甲氧哒嗪	6.33	281.0	155.8*、126.0
13	磺胺对甲氧嘧啶	6.47	281.0	155.9*、214.9
14	磺胺间甲氧嘧啶	7.19	281.0	155.9*、214.9
15	磺胺氯哒嗪	7.28	285.0	92.1、155.9*
16	磺胺邻二甲氧嘧啶	7.68	311.1	155.8*、244.9
17	磺胺间二甲氧嘧啶	9.08	311.1	155.8*、244.8
18	磺胺苯吡唑	9.14	315.0	157.9*、159.9
19	酞磺胺噻唑	8.12	404.0	148.9、255.8

三、实验结果

表 3 19 种磺胺类兽药加标回收实验结果

检测项目	加标水平 (ng/g)	Biocomma		国外 A 品牌		国外 S 品牌		国外 B 品牌	
		回收率 R/%	RSD/%	回收率 R/%	RSD/%	回收率 R/%	RSD/%	回收率 R/%	RSD/%
乙酰磺胺	5.0	82.1	5.11	72.1	5.11	76.5	5.65	56.5	5.75
	10.0	72.3	4.52	51.5	4.25	64.1	6.25	51.5	4.75
磺胺吡啶	5.0	74.6	5.67	86.4	5.16	76.1	5.65	71.2	5.25
	10.0	74.0	5.05	96.5	4.29	95.8	5.12	96.9	6.15
磺胺嘧啶	5.0	72.8	5.15	68.9	6.32	71.5	7.36	56.7	6.45
	10.0	77.7	5.12	54.9	5.96	73.6	7.96	61.0	7.52
磺胺甲恶唑	5.0	80.2	4.53	36.9	5.61	56.9	4.15	52.2	6.86
	10.0	71.9	5.12	35.5	6.25	75.5	5.35	66.7	5.12
磺胺噻唑	5.0	69.5	4.53	83.1	6.90	78.5	4.11	68.1	5.08
	10.0	76.9	5.68	73.9	6.54	88.6	6.02	81.8	5.19
磺胺甲基嘧啶	5.0	76.1	5.13	64.1	7.39	66.5	5.11	56.9	4.75
	10.0	76.4	4.54	53.1	6.89	79.1	5.03	72.1	5.16
磺胺二甲异恶唑	5.0	70.2	5.69	54.7	6.15	60.2	4.75	56.4	4.19
	10.0	73.9	4.07	42.6	6.41	62.3	5.15	50.8	6.26
磺胺甲噻二唑	5.0	70.1	5.32	51.5	6.17	50.5	4.95	49.5	6.51
	10.0	71.6	5.03	50.8	5.92	70.4	5.02	65.8	6.29
苯酰磺胺	5.0	60.5	7.55	---	6.70	40.5	5.17	23.9	5.85
	10.0	59.5	5.14	28.9	6.25	42.8	4.16	33.5	6.38
磺胺二甲异嘧啶	5.0	80.6	4.55	50.6	6.61	55.1	5.05	40.6	5.62
	10.0	81.5	5.70	76.6	6.27	61.5	5.96	49.5	6.75
磺胺二甲嘧啶	5.0	70.5	6.08	45.1	6.13	40.4	5.16	40.2	6.84
	10.0	74.6	6.35	30.1	6.52	45.6	4.82	30.8	6.95
磺胺甲氧哒嗪	5.0	80.1	5.65	50.5	6.34	58.1	4.94	51.0	6.94
	10.0	80.9	4.56	50.0	6.61	73.1	5.01	80.6	5.15
磺胺对甲氧嘧啶	5.0	76.5	5.15	54.5	7.58	58.9	4.31	51.5	6.28
	10.0	75.4	6.56	55.8	7.91	73.3	5.19	70.3	7.56
磺胺间甲氧嘧啶	5.0	74.1	6.71	34.8	5.67	42.1	4.31	28.9	7.19
	10.0	60.9	6.09	23.8	5.13	41.1	5.45	27.5	6.65
磺胺氯哒嗪	5.0	76.9	6.92	41.5	5.95	48.8	5.94	41.4	6.69
	10.0	65.9	7.12	30.9	6.54	56.4	6.15	44.6	7.15
磺胺邻二甲氧嘧啶	5.0	68.4	6.57	29.8	5.25	44.6	5.85	30.4	6.68
	10.0	72.2	6.16	32.9	6.01	62.4	6.13	59.1	5.81
磺胺间二甲氧嘧啶	5.0	65.5	6.57	20.1	2.16	40.1	6.21	29.1	6.16
	10.0	68.6	6.72	22.5	5.31	55.8	5.31	42.1	6.62
磺胺苯吡唑	5.0	65.3	5.10	---	5.25	46.7	5.63	---	5.75
	10.0	61.2	5.15	---	4.55	47.2	4.25	25.9	6.75
酞磺胺噻唑	5.0	68.5	7.31	56.6	4.16	50.2	6.15	48.2	5.25
	10.0	67.4	7.75	50.1	5.29	52.8	5.61	54.8	6.15

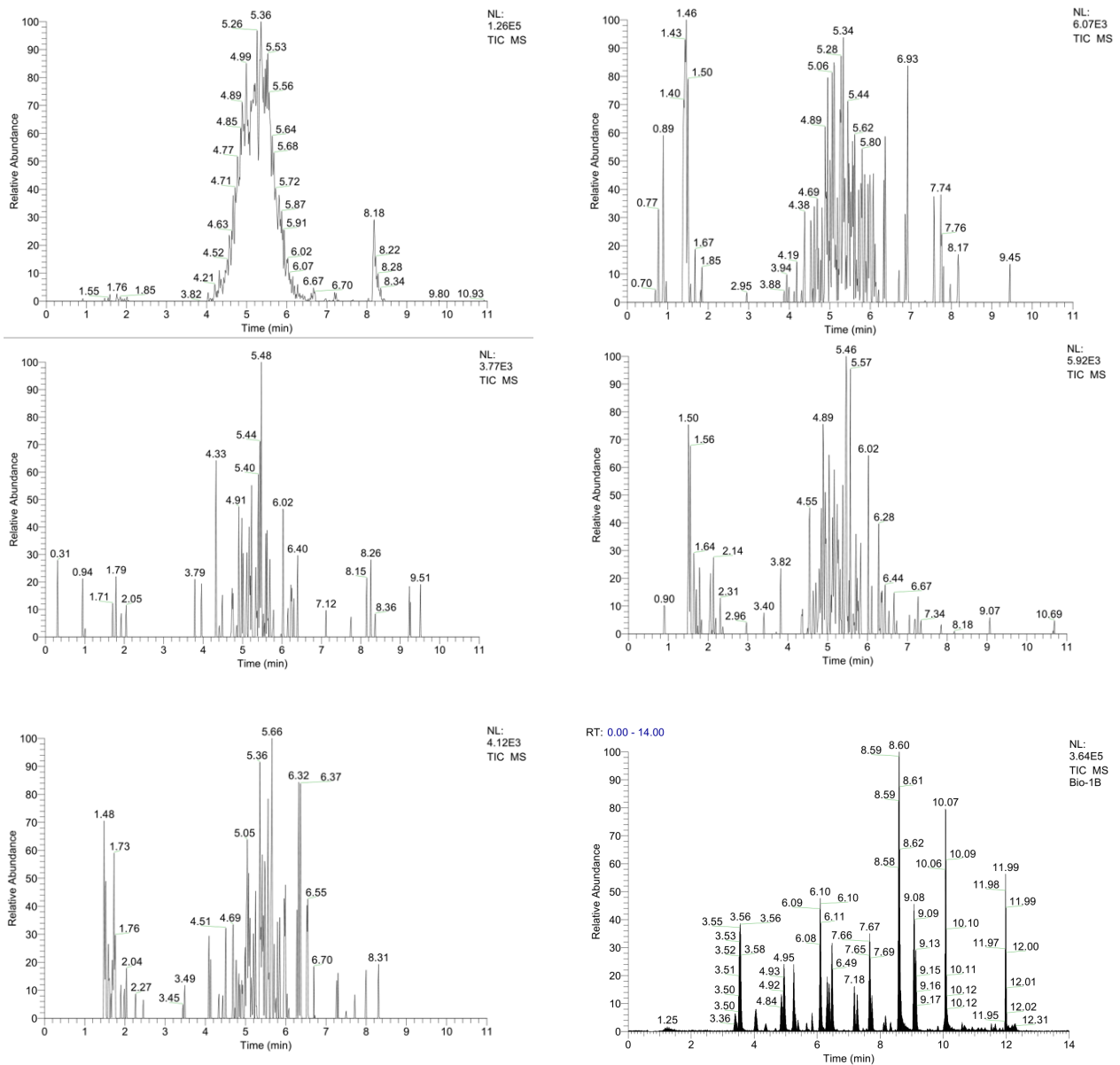


图1 不同品牌净化处理猪肉样品后的 TIC 图, 离子扫描 $m/z=184$
 (①猪肉样品 - 未净化处理 ②国外 A 品牌 - 净化处理 ③国外 S 品牌 - 净化处理
 ④国外 B 品牌 - 净化处理 ⑤ Biocomma- 净化处理)

图2 添加水平为 5 ng/g 时猪肉样品中 19 种磺胺类兽残 TIC 色谱图

订购信息

产品信息	描述	规格
COQ050050H	兽残专用提取管, 50 mL 离心管	50 支 / 盒
COQ015427	磺胺专用 QuEChERS 净化管, 15 mL 离心管	50 支 / 盒
SF130-22-PTFE	PTFE/ Φ 13 mm/0.22 μ m/ 有机系	100 支 / 盒
MF047-45-MCE	MCE/ Φ 47 mm/0.45 μ m/ 水系	200 片 / 盒
MF047-45-PTFE	PTFE/ Φ 47 mm/0.45 μ m/ 有机系	200 片 / 盒
V2-AL	2 mL 棕色短螺纹广口样品瓶, 带书写处	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 预开口, 9-425	100 个 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱