

HLB Lim 24 孔净化板 -36 种兽残高通量检测应用方案

HLB Lim 填料能够快速有效地去除样品中脂肪、磷脂、色素等多种干扰物，减少基质效应；同时其极大地简化了前处理流程，省去活化、平衡步骤，样品经提取后直接过柱，节省大量时间及试剂，使前处理变得更加的简便高效。

本方案采用 HLB Lim 24 孔净化板，实现 36 种兽残项目的快速、高通量检测。建立了对动物食品（猪肉、鸡肉）及水产（虾）中四环素类、磺胺类和喹诺酮类共 36 种药物残留量的 LC-MS/MS 测定方法，该方法（10 ng/g 和 20 ng/g）两个水平的加标回收率均在 60-110 % 之间，回收率 CV 值小于 10 %（n=8），目标物的回收率和精密度均能满足标准要求。

本方法适用 GB 31658.17-2021 《食品安全国家标准 动物性食品中四环素类、磺胺类和喹诺酮类药物残留量的测定液相色谱-串联质谱法》。

一、样品提取

准确称取粉碎均匀的样品 1 g 于干净离心管中，加入 5 mL 0.2 % 甲酸乙腈：水 =80:20（V:V）溶液，涡旋混匀后超声提取 20 min，8000 r/min 离心 5 min，待净化。

二、样品净化

- 1) 将 HLB Lim 24 孔净化板（Cat: COHLB24200-lim）放置在收集板（Cat: 24WP-S100）上，再向净化板孔中加入 3 mL 样品提取液。
- 2) 将 HLB Lim 24 孔净化板和收集板放置在 24 孔正压提取装置（Cat: BCY2402）下，开启气阀开关，使净化板孔和输气孔保持对应，匹配良好。
- 3) 调整气体输出压力，使样品提取液过滤至收集板中。
- 4) 移取收集板中 2.5 mL 净化液至离心管中，45℃智能水浴氮吹（BCN2403），氮吹近干后，用 0.1 % 甲酸水：甲醇 =9:1 溶液定容至 1 mL，上机。

三、基质标准曲线溶液的制备

选同类型空白样品，按上述前处理方法进行操作，收集净化液，加入适量的标液后与样品一同氮吹复溶，配制成上机浓度分别为 2 μg/L、10 μg/L、50 μg/L、100 μg/L、200 μg/L、500 μg/L 的标准曲线。

四、仪器条件

色谱条件

仪器：UPLC-MS/MS（Thermo Fisher TSQ Endura）
 色谱柱：依利特 SinoPak BEHT-C18 (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

质谱条件

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

RT: 0.00 - 14.00

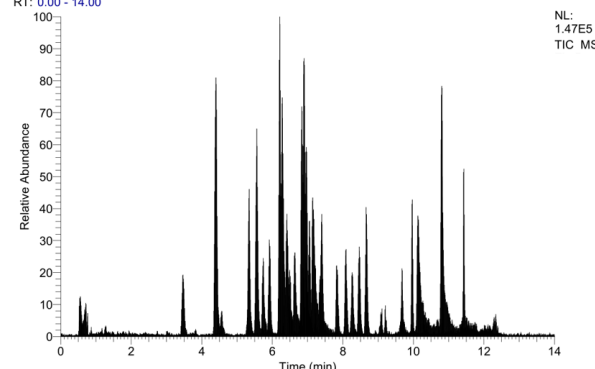


图 1 添加水平为 10 μg/kg 时猪肉样品中 36 种兽残总离子流图

RT: 0.00 - 14.00

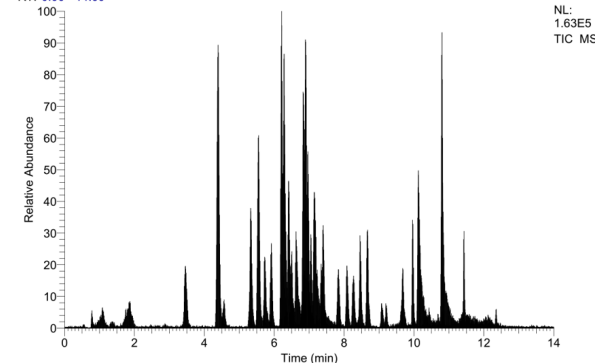


图 2 添加水平为 10 μg/kg 时虾肉样品中 36 种兽残总离子流图

RT: 0.00 - 14.00

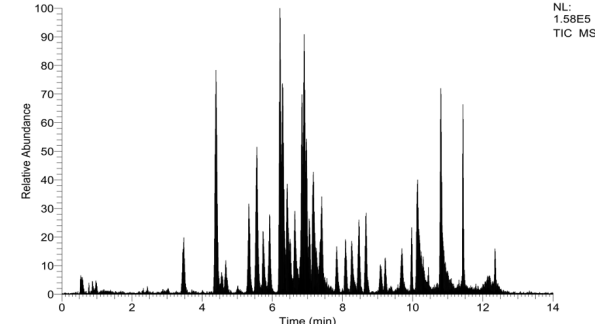


图 3 添加水平为 10 μg/kg 时鸡肉样品中 36 种兽残总离子流图

五、实验结果

表 2 36 种兽残加标回收实验结果

目标物	猪肉				虾肉				鸡肉			
	10.0 µg/kg		20.0 µg/kg		10.0 µg/kg		20.0 µg/kg		10.0 µg/kg		20.0 µg/kg	
	回收率 (%)	RSD (%) n=8	回收率 (%)	RSD (%) n=8	回收率 (%)	RSD (%) n=8	回收率 (%)	RSD (%) n=8	回收率 (%)	RSD (%) n=8	回收率 (%)	RSD (%) n=8
乙酰磺胺	82.1	9.10	80.1	9.56	91.7	4.17	84.9	2.88	73.6	7.96	81.7	9.04
磺胺吡啶	90.2	5.39	84.3	5.23	82.0	9.32	73.5	6.82	78.2	4.16	74.1	7.65
磺胺嘧啶	75.1	7.59	73.3	7.65	72.9	9.57	71.2	3.91	77.1	6.09	85.8	6.74
磺胺甲恶唑	82.5	8.43	82.6	8.90	87.1	7.15	78.2	4.41	98.6	5.13	96.1	5.42
磺胺噻唑	89.4	6.75	77.6	8.45	79.3	9.57	89.8	9.34	98.5	7.59	85.3	8.56
氟甲唑	91.7	9.24	85.2	7.31	74.3	7.57	78.6	9.41	96.7	4.33	93.2	6.79
噁唑酸	87.1	8.24	85.2	8.61	89.9	5.41	81.4	7.05	102	5.80	91.8	6.27
磺胺甲基嘧啶	85.4	8.86	81.3	9.42	82.0	8.63	81.4	5.11	96.0	6.55	89.8	5.06
磺胺二甲异恶唑	84.0	2.51	81.7	7.97	81.0	6.09	75.6	3.99	96.8	4.53	101	4.96
磺胺甲噻二唑	88.9	5.27	82.5	9.50	81.7	9.87	79.2	8.14	99.5	4.23	93.2	5.48
苯酰磺胺	94.9	7.19	82.1	9.16	93.7	4.87	91.5	4.75	85.7	9.61	74.2	8.61
磺胺二甲异嘧啶	84.3	2.45	80.4	9.40	98.9	4.86	84.5	5.45	90.5	7.28	82.5	9.63
磺胺二甲嘧啶	83.3	5.41	81.2	4.81	76.2	7.29	72.8	3.89	82.5	8.57	83.2	2.65
磺胺甲氧噻唑	81.9	8.40	83.8	9.45	85.1	7.38	84.7	7.26	91.1	2.89	86.0	7.45
磺胺对甲氧嘧啶	77.4	6.71	81.7	9.65	84.7	8.82	80.1	8.44	74.3	7.79	78.1	7.44
磺胺间甲氧嘧啶	76.6	7.28	79.7	9.15	80.8	7.72	73.7	6.30	95.6	8.16	94.5	8.27
磺胺氯噻唑	73.8	5.32	72.8	9.78	82.1	7.54	74.8	7.88	96.4	6.13	95.1	5.53
磺胺邻二甲氧嘧啶	85.5	4.05	83.8	9.64	81.8	6.80	85.2	8.78	96.1	4.61	91.6	6.78
磺胺间二甲氧嘧啶	79.2	8.64	81.3	9.13	85.2	8.12	74.9	3.08	88.2	8.30	82.3	6.76
磺胺苯吡唑	99.8	6.98	77.8	5.87	74.3	2.53	71.6	8.46	98.3	6.96	97.6	9.61
诺氟沙星	97.5	9.45	96.7	9.87	81.3	7.01	78.4	5.55	82.3	6.71	82.3	3.30
依诺沙星	92.6	7.12	93.7	9.39	95.7	9.73	89.0	9.66	89.1	9.51	84.1	6.13
环丙沙星	90.3	8.42	91.7	9.65	83.5	5.76	87.1	9.07	82.7	5.65	82.1	8.66
培氟沙星	93.1	5.67	90.3	8.57	88.1	5.34	81.2	5.43	83.0	7.15	86.4	5.56
洛美沙星	96.3	8.65	87.1	8.46	84.9	4.59	90.7	5.36	87.6	6.49	88.1	1.59
达氟沙星	87.7	8.75	87.9	8.64	92.6	8.54	98.4	5.31	92.1	5.20	93.6	9.40
恩诺沙星	92.6	8.47	91.1	9.52	83.4	8.35	82.1	4.11	91.4	5.07	91.7	9.42
氧氟沙星	92.3	8.16	84.8	9.60	76.3	4.98	78.0	6.18	96.7	8.03	88.4	8.63
马波沙星	89.1	6.58	80.1	6.47	88.7	7.81	82.9	9.11	81.2	7.41	86.3	8.54
沙拉沙星	97.5	8.24	92.3	7.72	91.4	8.45	83.7	9.85	89.1	6.35	91.3	9.10
二氟沙星	84.4	9.91	86.1	9.56	101	4.97	95.2	4.72	97.7	5.82	93.4	9.81
酞磺胺噻唑	75.1	6.54	72.6	8.16	80.8	3.57	77.1	4.68	92.7	6.31	77.5	5.72
强力霉素	97.1	7.81	81.7	9.76	85.6	4.26	78.0	9.09	101	8.27	99.1	7.72
四环素	91.1	8.26	87.6	7.32	73.1	8.85	71.9	9.13	88.6	7.47	74.8	8.34
土霉素	91.4	8.46	84.9	9.73	86.1	4.33	80.4	7.26	81.5	8.46	81.7	9.50
金霉素	91.9	8.13	82.6	8.36	76.9	8.14	72.6	4.63	73.6	5.61	74.5	4.75

订购信息

货号	描述	包装
COHLB24200-lim	Copure® HLB Lim 24 孔净化板	1 块 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF130-22-NL	尼龙针式过滤器, 直径 13 mm, 孔径 0.22 µm, 有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 白色 PTFE / 红色硅胶垫, 9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶, 带书写处 11.6*32 mm, 9-425	100 个 / 盒
BCY2402	24 孔正压提取装置	1 台 / 箱
24WP-S100	24 孔方孔收集板	1 块 / 盒
BCN2403	24 孔智能氮吹仪, 平底板	1 台 / 箱