

# HLB Lim- 水产品应用系列之磺胺 & 喹诺酮 (Copure® HLB-Lim)

## 一、样品提取

准确称取粉碎均匀鱼肉样品 2.5 g 于干净离心管中，加入 10 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 (Copure® HLB-Lim, 200 mg/3mL)

取 2 mL 上述上清液过柱，收集流出液，取其中 500 µL 用 10 mM 甲酸铵定容至 1 mL，上机。

## 三、基质标准曲线溶液的制备

选同类型空白鱼肉样品，按上述前处理方法进行操作，收集过柱流出液，分别取流出液 500 µL 加入适量磺胺 & 喹诺酮标准溶液，再以 10mM 甲酸铵定容至 1 mL，得到曲线浓度分别为 0.5 ng/mL、1 ng/mL、2 ng/mL、5 ng/mL、10 ng/mL、20 ng/mL 的上机溶液。

## 四、仪器条件

### 色谱条件

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

色谱柱：Hypersil GOLD C18 (2.1 mm × 100 mm, 1.9 µm)

流动相：A: 水 (0.1% 甲酸)

B: 乙腈 (0.1% 甲酸)

洗脱方式：梯度洗脱，见表 1

流速：0.3 mL/min

柱温：30°C

进样量：5 µL

表 1 梯度洗脱程序

时间/min	A/%	B/%
0.00	98.00	2.00
0.25	98.00	2.00
2.00	70.00	30.00
4.00	70.00	30.00
4.20	30.00	70.00
6.20	30.00	70.00
6.50	2.00	98.00
7.80	2.00	98.00
8.00	98.00	2.00
10.00	98.00	2.00

### 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

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	磺胺嘧啶	2.84	251.1	108.1、155.9*
2	磺胺吡啶	3.00	250.1	155.9*、184.0
4	马波沙星	3.00	363.1	320.0*、345.0
3	甲氧苄胺嘧啶	3.02	291.1	230.0*、261.0
6	诺氟沙星	3.04	320.1	233.0、276.0*
7	培氟沙星	3.08	334.2	290.1*、316.1
8	环丙沙星	3.09	332.0	230.9、288.0*
5	磺胺甲基噻唑	3.11	265.1	155.9、172.0*
13	达氟沙星	3.14	358.2	314.1*、340.0
9	洛美沙星	3.16	352.1	265.0*、308.0
10	恩诺沙星	3.22	360.1	316.1*、342.0
11	磺胺二甲噻唑	3.31	279.1	155.9、186.0*
14	磺胺对甲氧嘧啶	3.43	281.0	156.0*、215.0
12	二氟沙星	3.45	400.2	299.0、356.1*
15	磺胺喹恶啉	4.75	301.1	108.1、156.0*

## 五、实验结果

表 3 15 种磺胺 & 喹诺酮加标回收实验结果

目标物	0.5 µg/L		1.0 µg/L		5.0 µg/L		10.0 µg/L	
	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3
磺胺嘧啶	68.4	1.78	77.1	7.38	103	6.21	96.5	7.26
磺胺吡啶	-	-	71.0	9.87	80.9	6.75	74.4	4.01
甲氧苄胺嘧啶	77.6	4.72	68.0	2.70	87.8	1.22	89.7	2.56
马波沙星	62.3	10.5	79.6	9.04	88.7	2.05	90.1	2.76
磺胺甲基噻唑	-	-	82.6	9.95	85.3	4.73	93.0	6.33
诺氟沙星	88.7	2.24	81.4	5.63	93.1	3.25	90.4	5.17
培氟沙星	106	4.99	95.5	5.21	94.3	1.03	94.9	4.35
环丙沙星	88.5	8.36	81.5	5.10	88.4	3.13	88.1	3.82
洛美沙星	105	4.42	86.7	8.75	88.7	5.58	89.3	1.18
恩诺沙星	97.3	7.26	91.6	4.55	88.5	1.86	97.2	4.12
磺胺二甲噻唑	44.4	8.59	56.6	5.10	66.2	1.15	67.2	4.65
二氟沙星	106	4.33	89.6	0.59	83.9	1.57	86.7	3.69
达氟沙星	-	-	102	7.88	108	4.17	108	1.55
磺胺对甲氧嘧啶	-	-	84.0	9.29	73.4	6.36	72.8	3.40
磺胺喹恶啉	104	4.82	78.8	6.52	78.0	9.50	72.2	5.78

表 4 15 种磺胺 & 喹诺酮基质曲线信息

目标物	曲线	R <sup>2</sup>
磺胺嘧啶	Y=2235.71X+266.652	0.9989
磺胺吡啶	Y=4791.17X+1087.36	0.9998
甲氧苄胺嘧啶	Y=1706.15X+3260.26	0.9991
马波沙星	Y=7684.96X+1808.45	0.9998
磺胺甲基噻唑	Y=5550.80X+1018.50	0.9979
诺氟沙星	Y=6001.81X-725.310	0.9994
培氟沙星	Y=16805.1X-1680.60	0.9993
环丙沙星	Y=7366.14X+52.8344	0.9996
洛美沙星	Y=7109.64X-1589.14	0.9988
恩诺沙星	Y=22812.0X+2026.54	0.9994
磺胺二甲噻唑	Y=14015.4X+2148.34	0.9999
二氟沙星	Y=14918.1X-1442.25	0.9995
达氟沙星	Y=3188.25X+449.699	0.9984
磺胺对甲氧嘧啶	Y=809.939X+113.666	0.9975
磺胺喹恶啉	Y=4387.10X-259.238	0.9992

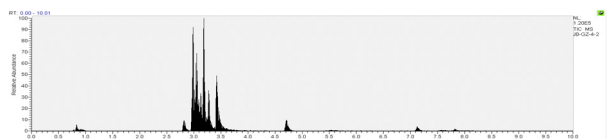


图 1 添加水平为 10 ng/mL 时 15 种磺胺 & 喹诺酮的总离子流图

## 订购信息

货号	描述	包装
COHLB3200-Lim	Copure® HLB-Lim 固相萃取柱, 200 mg/3mL	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF130-22-PTFE	PTFE 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