

# HLB Lim- 用于 38 种多兽药残留的快速净化 (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  $\mu$ L 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  $\mu$ L 加入适量兽残混合标准溶液，再以 10 mM 甲酸铵定容至 1 mL，得到合适浓度的基质曲线。

## 四、仪器条件

### 色谱条件

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

色谱柱: 菲罗门 Titank C18 (2.1 mm $\times$ 50 mm, 3  $\mu$ m)

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 $^{\circ}$ C

进样量: 5  $\mu$ L

表 1 梯度洗脱程序

时间/min	A/%	B/%
0.00	98	2
0.25	98	2
2.00	70	30
4.00	70	30
4.20	30	70
6.20	30	70
6.50	2	98
7.80	2	98
8.00	98	2
10.00	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 $^{\circ}$ C

辅气温度: 350 $^{\circ}$ 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	沙丁胺醇	1.90	240.1	148.0*, 222.1
2	特布他林	1.91	226.1	107.1, 152.1*
3	林可霉素	2.26	407.3	126.1*, 359.2
4	菲诺特罗	2.30	304.1	107.1*, 135.1
5	磺胺嘧啶	2.38	251.1	108.1, 155.9*
6	甲氧苄胺嘧啶	2.51	291.1	230.0*, 261.0
7	磺胺吡啶	2.52	250.1	155.9*, 184.0
8	马波沙星	2.52	363.1	320.0*, 342.0
9	诺氟沙星	2.57	320.1	233.0, 276.0*
10	土霉素	2.57	461.2	426.0*, 443.0
11	培氟沙星	2.60	334.2	290.1*, 316.1
12	环丙沙星	2.62	332.0	230.9, 288.0*
13	磺胺甲基嘧啶	2.65	265.1	155.9, 172.0*
14	达氟沙星	2.67	358.2	314.1, 340.0*
15	莱克多巴胺	2.67	302.1	164.1*, 284.0
16	洛美沙星	2.68	352.1	265.0*, 308.0
17	四环素	2.70	445.2	410.0*, 427.0
18	恩诺沙星	2.73	360.1	316.1*, 342.0
19	磺胺二甲嘧啶	2.83	279.1	155.9, 186.0*
20	妥布特罗	2.85	228.1	118.1*, 154.0*
21	克林特罗	2.90	277.1	202.9*, 259.0
22	螺旋霉素	2.90	843.6	142.1, 174.1*
23	磺胺对甲氧嘧啶	2.95	281.0	156.0*, 215.0
24	二氟沙星	2.96	400.2	299.0, 356.1*
25	斑布特罗	3.03	368.1	294.0*, 312.0
26	克林霉素	3.07	425.3	126.2*, 377.2
27	金霉素	3.09	479.1	444.0*, 462.0
28	强力霉素	3.22	445.2	321.0, 428.0*
29	替米考星	3.25	869.7	132.1, 174.1*
30	竹桃霉素	3.61	688.5	158.1, 544.4*
31	头孢噻唑	3.67	524.1	240.9*, 323.9
32	氟霉素	3.68	320.8	152.0, 256.9*
33	红霉素	4.04	734.5	158.1*, 576.4
34	氢化可的松	4.06	363.2	309.1, 327.1*
35	磺胺喹恶啉	4.23	301.1	108.1, 156.0*
36	可的松	4.23	361.2	299.0, 343.1*
37	吉他霉素	5.06	772.5	109.1*, 215.1
38	交沙霉素	5.12	828.6	109.1, 174.1*

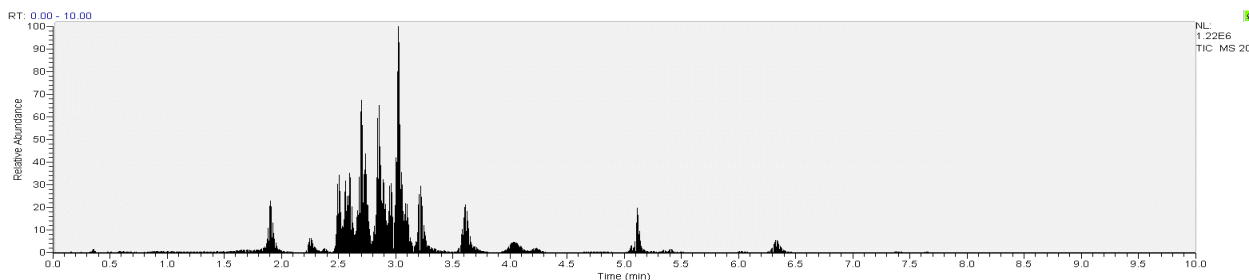


图 1 添加水平为 10.0  $\mu$ g/L 时 38 种兽残的总离子流图

## 五、实验结果

表 3 38 种兽残加标回收实验结果

目标物	0.5 µg/L		1.0 µg/L		2.0 µg/L		8.0 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	回收率 (%)	RSD (%) n=3
沙丁胺醇	108	5.81	109	3.82	93.1	3.41	94.5	7.33	94.9	5.40
特布他林	99.8	6.42	98.3	7.72	101	4.89	90.4	9.33	103	5.73
林可霉素	101	8.18	103	5.04	94.9	8.01	112	5.61	105	4.56
菲诺特罗	72.5	4.94	83.1	3.01	90.0	5.90	87.6	8.73	87.8	5.07
磺胺嘧啶	-	-	81.5	8.34	82.9	4.39	90.9	4.03	90.5	2.44
甲氧苄胺嘧啶	94.3	3.40	107	3.52	94.7	1.86	107	3.04	95.8	1.83
磺胺吡啶	97.0	7.00	84.1	8.27	84.6	5.48	98.5	5.45	101	2.43
马波沙星	92.1	8.88	95.5	5.10	88.9	5.12	95.3	5.40	99.8	4.00
诺氟沙星	87.3	3.66	97.0	6.71	83.9	4.99	99.9	1.05	93.8	5.04
土霉素	87.7	7.41	94.2	2.89	97.7	3.64	99.9	7.79	95.6	5.37
培氟沙星	102	7.91	84.9	6.62	87.3	2.80	102	4.09	98.4	3.43
环丙沙星	85.0	4.49	92.0	5.09	84.9	3.79	92.5	4.59	103	3.57
磺胺甲基嘧啶	78.9	9.13	81.6	6.56	77.8	5.26	101	3.48	82.9	4.93
达氟沙星	-	-	93.7	6.47	91.5	2.71	94.8	4.35	95.0	4.36
莱克多巴胺	95.8	4.53	90.5	9.25	90.2	4.44	104	5.49	101	5.73
洛美沙星	85.5	3.80	83.5	4.16	86.1	2.98	88.7	5.46	91.0	2.57
四环素	97.7	12.2	86.3	7.34	81.9	4.75	81.7	8.18	78.0	4.51
恩诺沙星	85.9	6.51	90.2	4.17	81.4	3.14	86.0	6.66	81.1	4.51
磺胺二甲嘧啶	81.3	6.32	78.3	9.41	77.0	4.73	85.4	4.89	82.0	8.30
妥布特罗	88.1	5.25	82.6	8.09	88.9	5.79	95.9	9.20	90.7	5.55
克伦特罗	91.6	3.95	87.6	5.25	84.7	3.34	94.7	6.20	89.4	2.51
螺旋霉素	98.9	5.67	87.1	5.39	88.8	4.11	92.6	8.51	83.9	6.21
磺胺对甲氧嘧啶	-	-	103	10.2	97.2	7.08	94.4	8.43	83.9	5.99
二氟沙星	98.1	4.20	91.6	4.30	93.9	2.28	98.1	4.96	93.6	5.70
班布特罗	90.5	9.51	91.9	1.05	97.6	2.78	94.2	3.26	99.6	0.52
克林霉素	95.1	9.34	91.6	5.72	92.8	3.61	92.7	6.60	92.4	3.45
金霉素	87.9	7.57	89.8	4.65	73.1	4.11	73.8	3.76	72.0	8.01
强力霉素	72.4	4.13	77.1	9.15	84.5	2.76	92.0	8.39	90.1	9.00
替米考星	-	-	78.4	11.9	85.1	4.40	93.0	5.26	105	3.62
竹桃霉素	87.2	4.57	79.6	7.63	81.8	6.20	93.3	3.06	99.5	1.12
头孢噻唑	73.1	8.54	84.8	2.99	79.2	3.07	86.5	1.46	84.0	6.95
氯霉素	88.9	8.34	103	12.3	88.7	2.00	111	2.71	103	5.86
红霉素	-	-	96.4	6.45	81.9	3.97	93.8	6.34	84.1	5.96
氢化可的松	-	-	77.3	9.14	82.2	4.19	87.5	2.36	85.7	5.82
磺胺噻恶啉	-	-	112	7.55	81.8	4.86	90.2	4.21	82.2	7.34
可的松	-	-	-	-	73.8	7.19	88.2	10.4	79.5	9.29
吉他霉素	85.5	6.39	76.2	6.29	77.4	4.31	93.6	8.93	81.1	4.89
交沙霉素	70.5	9.12	89.6	8.02	95.4	3.06	102	2.63	104	2.93

表 4 38 种兽残基质曲线信息

目标物	曲线	R2
沙丁胺醇	Y=7225.39X-268.846	0.9992
特布他林	Y=7753.36X+207.396	0.9981
林可霉素	Y=9649.30X-784.921	0.9981
菲诺特罗	Y=2034.29X-437.765	0.9976
磺胺嘧啶	Y=1913.06X-330.889	0.9974
甲氧苄胺嘧啶	Y=33054.4X+962.412	0.9997
磺胺吡啶	Y=7786.73X+292.747	0.9988
马波沙星	Y=17929.1X+298.919	0.9992
诺氟沙星	Y=12789.4X-1422.45	0.9991
土霉素	Y=36693.6X-815.004	0.9990
培氟沙星	Y=25570.1X-2441.54	0.9986
环丙沙星	Y=13730.0X+106.803	0.9982
磺胺甲基嘧啶	Y=5488.71X+108.070	0.9990
达氟沙星	Y=5527.75X+39.4248	0.9984
莱克多巴胺	Y=20015.8X+1193.82	0.9973
洛美沙星	Y=13293.8X-202.798	0.9974
四环素	Y=57019.5X-750.943	0.9977
恩诺沙星	Y=37576.1X+1707.81	0.9966
磺胺二甲嘧啶	Y=17070.8X-24.0149	0.9991
妥布特罗	Y=77267.6X+1590.35	0.9992
克伦特罗	Y=42067.5X+277.676	0.9989
螺旋霉素	Y=1652.28X-545.844	0.9993
磺胺对甲氧嘧啶	Y=705.799X+17.0994	0.9983
二氟沙星	Y=28591.1X-1592.5	0.9992
班布特罗	Y=126478X-22901.5	0.9999
克林霉素	Y=16344.8X-1345.61	0.9989
金霉素	Y=24652.0X-4098.18	0.9993
强力霉素	Y=79065.3X-3686.96	0.9983
替米考星	Y=1562.36X-98.5902	0.9994
竹桃霉素	Y=25947.3X-1049.68	0.9992
头孢噻唑	Y=9182.19X-1113.68	0.9984
氯霉素	Y=6830.45X+1347.05	0.9985
红霉素	Y=7466.86X-948.697	0.9980
氢化可的松	Y=23187.7X-434.246	0.9986
磺胺喹恶啉	Y=5013.23X-887.838	0.9978
可的松	Y=7446.98X-57.6348	0.9994
吉他霉素	Y=4014.68X-339.231	0.9996
交沙霉素	Y=15585.8X-898.568	0.9998

## 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