

超高效液相色谱-四级杆-静电场轨道阱高分辨质谱筛查测定饲料中19种磺胺类药物

严凤¹,李丹妮¹,吴剑平¹,周哲²,张鑫¹,潘娟¹,张婧¹

(1.上海市兽药饲料检测所,上海201103;2.赛默飞世尔科技(中国),上海201206)

[收稿日期]2015-11-25 [文献标识码]A [文章编号]1002-1280(2016)02-0029-08 [中图分类号]S859.83

[摘要] 建立了超高效液相色谱-四级杆-静电场轨道阱高分辨质谱联用(UPLC-Q-Exactive Orbitrap)快速筛查和确证定量饲料中19种磺胺类药物的分析方法。饲料样品经乙腈-0.1%甲酸溶液(80:20, V/V)超声提取,Agilent SB C18色谱柱(100 mm×3.0 mm, 1.8 μm)分离,以0.1% (V/V)甲酸乙腈溶液和0.1% (V/V)甲酸水溶液为流动相进行梯度洗脱。静电场轨道阱全扫描得到磺胺类药物的一级精确质量数与理论精确相对分子质量对比,相对质量偏差在 $0.006 \times 10^{-6} \sim 1.252 \times 10^{-6}$ 之间,有效去除了基质干扰,实现对饲料中磺胺类药物的快速筛查;同时建立了19种磺胺类药物的二级质谱数据库,实现对19种磺胺类药物的定性筛查及同步定量。19种磺胺类药物在0.1~200 μg/L浓度范围内线性关系良好 $r > 0.99$,方法检测限为50 μg/kg,回收率在59.61%~106.45%之间。

[关键词] 磺胺类;饲料;超高效液相色谱;四级杆-静电场轨道阱高分辨质谱

Screening and Confirmation of 19 Sulfonamides in Feed by Ultra High Performance Liquid Chromatography-quadrupole-exactive Orbitrap Mass Spectrometry

YAN Feng¹, LI Dan-ni¹, WU Jian-pin¹, ZHOU Zhe², ZHANG Xin¹, PAN Juan¹, ZHANG Jing¹

(1. Shanghai Municipal Supervisory Institute Veterinary Drugs and Feedstuff, Shanghai 201103, China;

2. Thermofisher Scientific(China), Shanghai 201206, China)

Abstract: An ultra high performance liquid chromatography-quadrupole-exactive orbitrap mass spectrometry method(UPLC-Q-Exactive Orbitrap) was developed for rapid screening, confirmation and quantitative of 19 sulfonamides in feed. The samples were extracted with acetonitrile-0.1% aqueous formic acid solution (80:20, V/V), and the extracts were then separated on an Agilent SB C18 (50 mm×3.0 mm, 1.8 μm) using a binary solvent system composed of 0.1% formic acid acetonitrile solution and 0.1% aqueous formic acid solution by gradient elution. The relative molecular masses of the target compounds were obtained in full scan mode with a relative deviation in the range of $0.006 \times 10^{-6} \sim 1.252 \times 10^{-6}$ compared to the theoretical value, indicating effective elimination of the matrix interference. Tandem mass spectrometric database based on characteristic

fragment ions for the 19 sulfonamides was built. This method allowed qualitative screening and quantitative analysis at the same time. Calibration curve was linear between 0.1 and 200 $\mu\text{g/L}$, with the correlation coefficient $r > 0.99$. The limit of detection was 50 $\mu\text{g/kg}$. The recovery in feed was from 59.61% to 106.45%.

Key words: sulfonamides; feed; ultra high performance liquid chromatography (UPLC); quadrupole – exactive orbitrap

磺胺类药物(Sulfonamides, SAs)是人工合成的具有对氨基苯磺酰胺结构的一类抗菌药物的总称,广泛应用于畜禽养殖业^[1]。饲料添加是该类药物在畜牧业中的主要用药方式,随着SAs的滥用,细菌耐药性问题日益突出,这不仅会影响畜禽的正常生长发育,而且还会造成畜产品中药物残留超标,危害人体健康,影响环境卫生和生态平衡。针对磺胺类药物的检测手段多样化,如采用免疫分析法^[2]、HPLC法^[3-4]以及液质联用方法^[5-6]。这些方法在靶向目标定性、定量检测方面有极为广泛的应用,但是这种模式也存在无法获取样品中非靶目标结构信息的局限^[7],为实现高通量筛查的多组分物质,基于高分辨质谱技术的全扫描的质谱分析方法逐渐进入研究者的视野^[8-9]。本实验利用高效液相色谱 – 四极杆 – 静电场轨道阱高分辨质谱快速检测饲料中添加的19种磺胺类药物,采用正离子全扫描模式进行测定,通过提取的二级质谱进行定性,提取一级质谱的精确相对分子质量进行定量。该方法用实际添加实验进行验证,在较低质量浓度添加水平条件下仍可以保证良好的检测结果。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂 Q – Exactive 四极杆 – 静电场轨道阱高分辨质谱,配有H – ESI II源(美国Thermo Fisher Scientific公司);Ultimate 3000液相色谱系统(美国Thermo Fisher Scientific公司);TraceFinder数据处理系统(美国Thermo Fisher Scientific公司);AE240电子天平(瑞士Mettler公司);Allegra X – 22R高速冷冻离心机(德国Beckman公司);多管旋涡振荡器(北京Targin公司);Milli – Q超纯水系统(美国Millipore公司)。

乙腈(色谱纯,美国Merck公司);甲酸(色谱纯,美国Tedia公司);实验用水为超纯水(Milli – Q

自制)。

标准品:苯甲酰磺胺(纯度99.8%),磺胺醋酐(纯度99.5%),磺胺喹噁啉(纯度98.0%),磺胺氯哒嗪(纯度99.8%),磺胺嘧啶(纯度99.0%),磺胺间二甲氧嘧啶(纯度99.0%),磺胺邻二甲氧嘧啶(纯度98.0%),磺胺甲基嘧啶(纯度99.2%),磺胺对甲氧嘧啶(纯度98.0%),磺胺二甲嘧啶(纯度99.0%),磺胺甲噻二唑(纯度98.5%),磺胺甲基异恶唑(纯度99.0%),磺胺甲氧哒嗪(纯度99.2%),磺胺间甲氧嘧啶(纯度98.0%),磺胺二甲恶唑(纯度98.0%),磺胺苯吡唑(纯度99.0%),磺胺吡啶(纯度99.0%),磺胺噻唑(纯度99.5%),磺胺二甲异嘧啶(纯度98.0%),以上均购自德国Dr. Ehrenstorfer GmbH。

标准贮备液配制:分别精密称取19种磺胺类标准品10 mg,用甲醇溶解稀释并定容至10 mL,浓度各为1 mg/mL。

混合标准工作液配制:分别取各标准贮备液500 μL ,于同一10 mL容量瓶中,并定容,混合标准中间液浓度为50 $\mu\text{g/mL}$ 。

混合标准工作曲线配制:取适量混合标准工作液用0.1%甲酸溶液稀释为浓度0.1、1、10、100、200 $\mu\text{g/L}$ 的系列混合标准工作曲线。

1.2 仪器条件

1.2.1 液相色谱条件 色谱柱:Agilent SB C18柱(3.0 mm $\times$ 100 mm, 1.8 μm),流动相A为0.1%甲酸水溶液,B为含0.1%甲酸的乙腈溶液;梯度洗脱程序:0 ~ 15 min, 5% ~ 95% B; 15 ~ 17 min, 95% B; 17 ~ 17.5 min, 95% ~ 5% B; 17.5 ~ 21 min, 5% B; 流速0.3 mL/min;柱温30 $^{\circ}\text{C}$;进样量10 μL 。

1.2.2 质谱条件 可加热的电喷雾离子源(HESI

- II);离子传输管温度 325 ℃;毛细管电压 3200 V (正离子模式);气化温度 350 ℃;鞘气压(N2) 40 arb;辅助气压(N2) 10 arb;一级质谱驻留时间 100 ms;二级质谱驻留时间 50 ms;一级全扫描范围: m/z 100~1200;分辨率(R):70000;扫描模式:Fullscan+ddms²(一级全扫描+自动触发二级质谱扫描),碰撞裂解气为高纯氮气,碰撞能量为 20、40、60 eV。

1.2.3 样品前处理 称取饲料 2.00 g,加入 10 mL

乙腈-0.1%甲酸溶液(80:20,V/V),混匀,超声提取 10 min,8500 r/min 离心 5 min,取上清液 0.1 mL 与 0.9 mL 0.1% 甲酸溶液混匀,12000 r/min 高速离心 5 min,取上清液待测。

2 结果与分析

2.1 线性范围 本方法线性范围为 0.1~200 μg/L,线性相关良好,相关系数 r 均大于 0.99,线性结果见表 1。

表 1 磺胺类药物线性方程及相关系数表

药物名称	截距(b)	斜率(a)	相关系数(R^2)
磺胺二甲异嘧啶	2.06E+06	2.29E+06	0.9928
磺胺醋酸	-7.95E+03	2.69E+05	0.9986
磺胺嘧啶	6.02E+04	1.61E+06	0.9961
磺胺噻唑	6.07E+04	1.54E+06	0.9967
磺胺吡啶	9.78E+04	2.43E+06	0.996
磺胺甲基嘧啶	7.10E+04	2.08E+06	0.9954
磺胺二甲恶唑	4.92E+04	1.82E+06	0.997
磺胺二甲嘧啶	2.15E+06	2.52E+06	0.9954
磺胺甲噻二唑	3.99E+04	1.53E+06	0.9963
磺胺对甲氧嘧啶	8.32E+04	2.54E+06	0.994
磺胺甲氧哒嗪	2.99E+04	2.24E+06	0.9991
磺胺间甲氧嘧啶	4.62E+03	2.23E+06	0.9986
磺胺氯哒嗪	1.69E+03	1.52E+06	0.9989
磺胺邻二甲氧嘧啶	7.83E+04	2.91E+06	0.9973
磺胺甲基异恶唑	2.77E+04	2.32E+06	0.9984
苯甲酰磺胺	3.22E+04	1.54E+06	0.9971
磺胺间二甲氧嘧啶	1.25E+04	3.55E+06	0.9993
磺胺喹噁啉	3.03E+04	2.44E+06	0.9991
磺胺苯吡唑	6.93E+04	3.47E+06	0.9975

2.2 回收率与精密度 采用空白饲料进行添加回收率试验,添加浓度为 50、100、10000 μg/kg,每个浓度做 6 个平行,处理方法按 1.2.3 项进行,用相近浓度的空白基质添加标准单点对样品进行定量,

结果见表 2。19 种磺胺类药物的平均回收率为 59.61%~106.45%,相对标准偏差为 0.40%~35.94%,实际测得精确分子量与理论精确分子量的差值均<2 mDa。

表 2 回收率、精密度与质量偏差

药物名称	添加浓度/(μg·kg ⁻¹)	平均回收率/%	相对偏差 RSD/%	理论质荷比(m/z)	实测质荷比(m/z)	质量偏差(m/z ,mDa)
	50	76.07	3.89	277.06414	277.06424	0.35913
苯甲酰磺胺	100	78.19	4.12	277.06414	277.06427	0.46928
	10000	68.70	2.26	277.06414	277.06406	-0.30175

续表						
药物名称	添加浓度/($\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$)	平均回收率/%	相对偏差 <i>RSD</i> /%	理论质荷比(<i>m/z</i>)	实测质荷比(<i>m/z</i>)	质量偏差(<i>m/z</i> ,mDa)
磺胺醋酰	50	73.68	7.67	215.04849	215.04852	0.15322
	100	73.41	7.79	215.04849	215.04857	0.36608
	10000	71.42	2.69	215.04849	215.04831	-0.84015
磺胺氯哒嗪	50	88.24	3.47	285.02075	285.02081	0.221
	100	93.51	5.04	285.02075	285.02078	0.11392
	10000	72.88	1.38	285.02075	285.02075	0.00685
磺胺嘧啶	50	74.47	2.91	251.05972	251.05962	-0.41389
	100	77.40	4.34	251.05972	251.05978	0.25466
	10000	76.14	1.78	251.05972	251.05959	-0.53545
磺胺间二甲氧嘧啶	50	85.84	3.07	311.08085	311.08075	-0.32303
	100	89.46	5.53	311.08085	311.08087	0.06938
	10000	74.32	1.78	311.08085	311.08054	-1.00974
磺胺邻二甲氧嘧啶	50	91.05	2.25	311.08085	311.08084	-0.02872
	100	91.87	6.99	311.08085	311.08087	0.06938
	10000	73.46	0.40	311.08085	311.0806	-0.81354
磺胺甲基嘧啶	50	71.17	8.62	265.07537	265.07529	-0.31363
	100	71.85	7.89	265.07537	265.07544	0.26201
	10000	72.92	2.41	265.07537	265.07529	-0.31363
磺胺对甲氧嘧啶	50	91.95	2.92	281.07029	281.07031	0.08005
	100	67.38	29.90	281.07029	281.0704	0.40578
	10000	76.62	1.79	281.07029	281.07013	-0.57141
磺胺二甲嘧啶	50	78.21	12.87	279.09102	279.09128	0.9247
	100	81.55	12.84	279.09102	279.09137	1.25274
	10000	84.66	0.57	279.09102	279.091	-0.05941
磺胺甲噻二唑	50	78.84	2.61	271.03179	271.03177	-0.07822
	100	83.47	4.80	271.03179	271.03189	0.37217
	10000	70.93	2.52	271.03179	271.03162	-0.64121
磺胺甲基异恶唑	50	84.29	3.32	254.05939	254.05931	-0.31129
	100	86.11	3.49	254.05939	254.05949	0.40943
	10000	70.62	1.29	254.05939	254.05925	-0.55153
磺胺甲氧哒嗪	50	89.67	2.27	281.07029	281.07031	0.08005
	100	76.75	35.94	281.07029	281.0704	0.40578
	10000	76.09	1.18	281.07029	281.07007	-0.78856
磺胺间甲氧嘧啶	50	85.87	4.62	281.07029	281.07031	0.08005
	100	82.98	5.56	281.07029	281.07025	-0.1371
	10000	74.01	2.08	281.07029	281.07016	-0.46283
磺胺苯吡唑	50	83.25	3.59	315.09102	315.09085	-0.53689
	100	87.00	2.81	315.09102	315.09097	-0.14948
	10000	72.65	1.37	315.09102	315.09073	-0.92431

续表						
药物名称	添加浓度/($\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$)	平均回收率/%	相对偏差 RSD /%	理论质荷比(m/z)	实测质荷比(m/z)	质量偏差(m/z ,mDa)
磺胺吡啶	50	79.46	4.80	250.06447	250.06447	-0.00646
	100	82.84	5.24	250.06447	250.06445	-0.06748
	10000	73.38	1.61	250.06447	250.0643	-0.67768
磺胺喹噁啉	50	82.82	2.99	301.07537	301.07535	-0.0734
	100	83.62	5.51	301.07537	301.07547	0.33205
	10000	71.20	1.52	301.07537	301.0752	-0.58021
磺胺噻唑	50	59.61	4.88	256.02089	256.02066	-0.8968
	100	63.48	4.49	256.02089	256.0209	0.0568
	10000	66.19	1.54	256.02089	256.02072	-0.6584
磺胺二甲恶唑	50	85.43	3.48	268.07504	268.07504	0.01016
	100	106.45	4.04	268.07504	268.07513	0.35168
	10000	75.46	1.68	268.07504	268.07492	-0.4452
磺胺二甲异噻啶	50	75.84	3.58	279.09102	279.091	-0.05941
	100	78.10	10.47	279.09102	279.0907	-1.15288
	10000	75.19	2.61	279.09102	279.09085	-0.60615

2.3 检测限与定量限 按照检测限信噪比 S/N (Peak to Peak) > 3 , 定量限信噪比 S/N (Peak to Peak) > 10 的要求, 本方法检测限为 $50\text{ }\mu\text{g/kg}$, 定量限为 $100\text{ }\mu\text{g/kg}$ (表3)。空白图谱、检测限图谱和定量限图谱见图1、图2和图3。

表3 检测限与定量限表

药物名称	分子式	保留时间/min	精确母离子	加合物	碎片1	碎片2	碎片3	检测限/($\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$)	定量限/($\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$)
苯甲酰磺胺	$\text{C}_{13}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_3\text{S}$	8.12	277.06414	$\text{M} + \text{H}$	156.01138	108.04439	92.04948	50	100
磺胺醋酰	$\text{C}_8\text{H}_{10}\text{N}_2\text{O}_3\text{S}$	4.55	215.04849	$\text{M} + \text{H}$	173.03792	156.01138	108.04439	50	100
磺胺氯哒嗪	$\text{C}_{10}\text{H}_9\text{ClN}_4\text{O}_2\text{S}$	6.93	285.02075	$\text{M} + \text{H}$	156.01138	108.04439	92.04948	50	100
磺胺嘧啶	$\text{C}_{10}\text{H}_{10}\text{N}_4\text{O}_2\text{S}$	4.88	251.05972	$\text{M} + \text{H}$	156.01138	108.04439	92.04948	50	100
磺胺间二甲氧嘧啶	$\text{C}_{12}\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}_4\text{S}$	8.22	311.08085	$\text{M} + \text{H}$	156.01138	108.04439	92.04948	50	100
磺胺邻二甲氧嘧啶	$\text{C}_{12}\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}_4\text{S}$	7.17	311.08085	$\text{M} + \text{H}$	156.01138	140.04545	108.04439	50	100
磺胺甲基嘧啶	$\text{C}_{11}\text{H}_{12}\text{N}_4\text{O}_2\text{S}$	5.51	265.07537	$\text{M} + \text{H}$	190.02809	156.01138	108.04439	50	100
磺胺对甲氧嘧啶	$\text{C}_{11}\text{H}_{12}\text{N}_4\text{O}_3\text{S}$	6.05	281.07029	$\text{M} + \text{H}$	215.09274	156.01138	126.06619	50	100
磺胺二甲嘧啶	$\text{C}_{12}\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}_2\text{S}$	5.95	279.09102	$\text{M} + \text{H}$	156.01138	124.08692	108.04439	50	100
磺胺甲噻二唑	$\text{C}_9\text{H}_{10}\text{N}_4\text{O}_2\text{S}_2$	6.02	271.03179	$\text{M} + \text{H}$	156.01138	108.04439	92.04948	50	100
磺胺甲基异恶唑	$\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{N}_3\text{O}_3\text{S}$	7.31	254.05939	$\text{M} + \text{H}$	156.01138	108.04439	92.04948	50	100
磺胺甲氧哒嗪	$\text{C}_{11}\text{H}_{12}\text{N}_4\text{O}_3\text{S}$	6.23	281.07029	$\text{M} + \text{H}$	215.09274	156.01138	126.06619	50	100
磺胺间甲氧嘧啶	$\text{C}_{11}\text{H}_{12}\text{N}_4\text{O}_3\text{S}$	6.61	281.07029	$\text{M} + \text{H}$	215.09274	156.01138	126.06619	50	100
磺胺苯吡唑	$\text{C}_{15}\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}_2\text{S}$	8.33	315.09102	$\text{M} + \text{H}$	156.01051	108.04418	92.04948	50	100
磺胺吡啶	$\text{C}_{11}\text{H}_{11}\text{N}_3\text{O}_2\text{S}$	5.19	250.06447	$\text{M} + \text{H}$	184.08692	156.01138	108.04439	50	100
磺胺喹噁啉	$\text{C}_{14}\text{H}_{12}\text{N}_4\text{O}_2\text{S}$	8.16	301.07537	$\text{M} + \text{H}$	156.01138	108.04439	92.04948	50	100
磺胺噻唑	$\text{C}_9\text{H}_9\text{N}_3\text{O}_2\text{S}_2$	5.06	256.02089	$\text{M} + \text{H}$	156.01138	108.04439	92.04948	50	100
磺胺二甲恶唑	$\text{C}_{11}\text{H}_{13}\text{N}_3\text{O}_3\text{S}$	5.66	268.07504	$\text{M} + \text{H}$	156.01138	108.04439	92.04948	50	100
磺胺二甲异噻啶	$\text{C}_{12}\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}_2\text{S}$	4.19	279.09102	$\text{M} + \text{H}$	156.01138	124.08692	108.04439	50	100

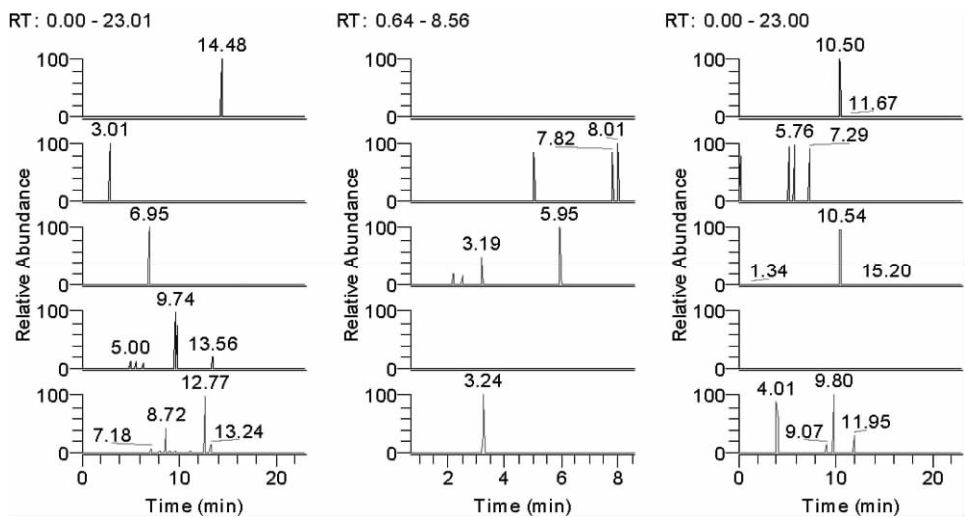


图 1 空白饲料提取离子色谱图

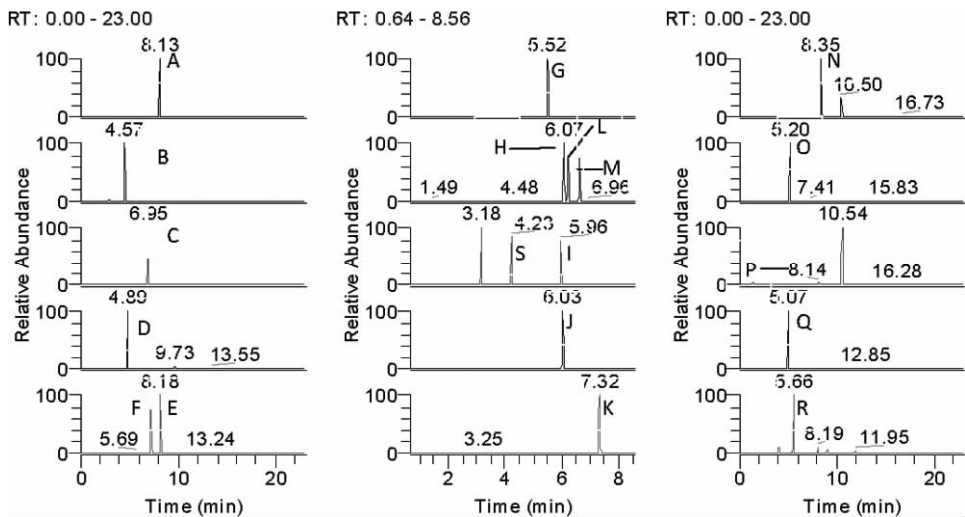


图 2 空白饲料添加 50 µg/kg 检测限提取离子色谱图(A: 苯甲酰磺胺 B: 磺胺醋酰 C: 磺胺氯哒嗪 D: 磺胺嘧啶 E: 磺胺间二甲氧嘧啶 F: 磺胺邻二甲氧嘧啶 G: 磺胺甲基嘧啶 H: 磺胺对甲氧嘧啶 I: 磺胺二甲嘧啶 J: 磺胺甲噻二唑 K: 磺胺甲基异恶唑 L: 磺胺甲氧哒嗪 M: 磺胺间甲氧嘧啶 N: 磺胺苯吡唑 O: 磺胺吡啶 P: 磺胺喹噁啉 Q: 磺胺噻唑 R: 磺胺二甲恶唑 S: 磺胺二甲异嘧啶)

2.4 实际样品筛查 随机抽取 11 份饲料样品,用已优化的色谱-质谱条件和前处理方法进行筛查分析,采集一级质谱数据及二级碎片信息,进行谱库检索,根据保留时间、碎片离子和质量误差等信息确证并同时定量。结果表明,随机抽取的 11 份样品中检出 1 份样品含有磺胺间甲氧嘧啶,一级母离子精确质量偏差为 0.028×10^{-6} ,含量为 311.85 µg/kg,筛查结果见图 4。

3 讨论与小结

3.1 色谱柱的选择 本实验比较了 Thermo

Hypersil GOLD C18(150 mm×2.1 mm,1.9 µm)与 Agilent SB C18(100 mm×2.1 mm,1.8 µm)两款色谱柱。实验表明,虽然两款色谱柱对磺胺类药物的检测灵敏度及药物峰形均无明显差异,但在分离度方面 Agilent SB C18 柱的表现更优于 Thermo Hypersil GOLD C18 柱,尤其是分离同分异构体磺胺甲氧哒嗪和磺胺对甲氧嘧啶。Thermo Hypersil GOLD C18 柱无法将这两个同分异构体分离,但 Agilent SB C18 柱就能很好的分离开。

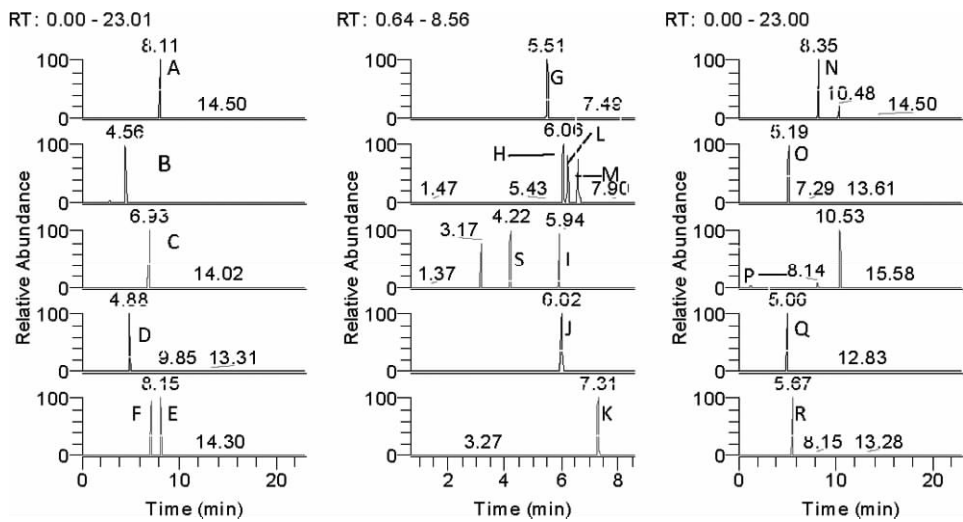


图3 空白饲料添加 100 $\mu\text{g/kg}$ 定量限提取离子色谱图 (A-S 代表物质与图2 相同)

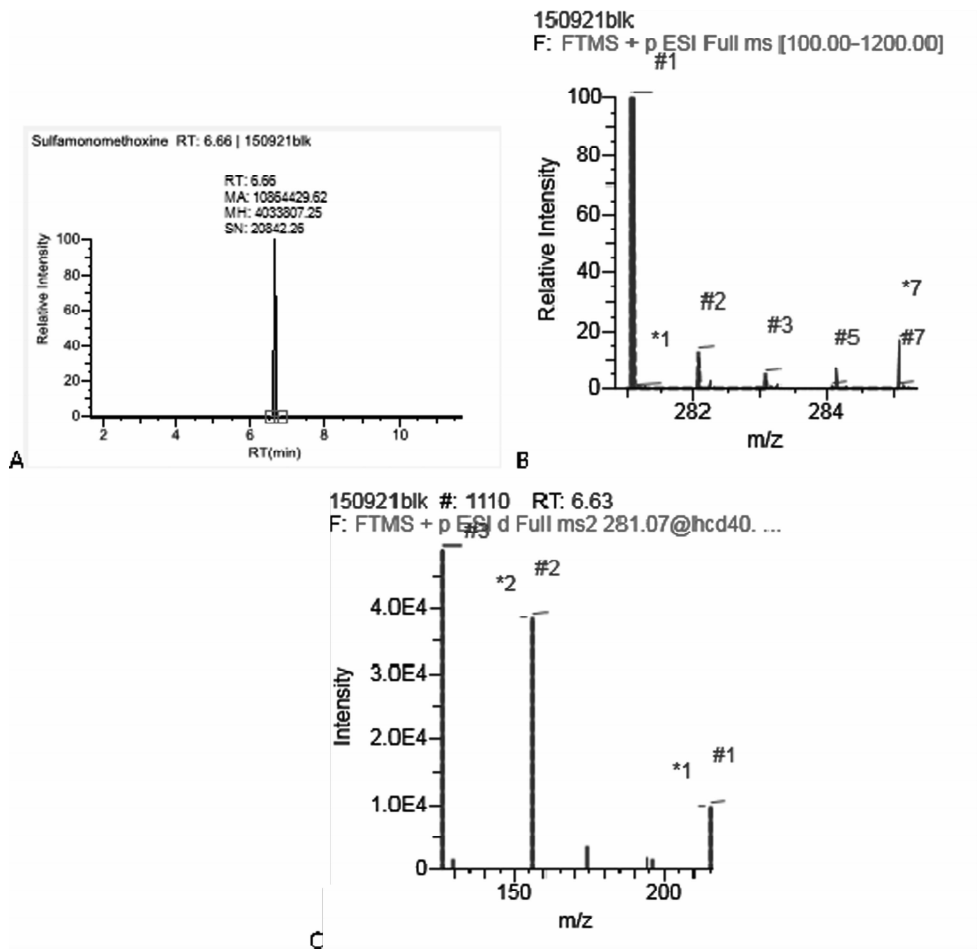


图4 饲料样品中检出磺胺间甲氧嘧啶的筛查结果图 (A:母离子精确质量提取色谱图; B:母离子同位素精确质量质谱图;C:碎片离子精确质量质谱图)

3.2 提取溶剂比较 磺胺类药物都属于弱碱性药物, 本方法选用酸性水溶液与有机溶剂不同的比例组合作为提取溶剂进行比较, 6 种提取溶剂分别为乙腈-0.1% 甲酸溶液(80+20)、乙腈-0.2% 甲酸溶液(95+5)、甲醇-0.1 mol/L 盐酸溶液(50+50)、乙腈-0.1 mol/L 盐酸溶液(50+50)、纯乙腈和纯甲醇。实验结果表明, 大部分药物用乙腈-0.1% 甲酸溶液(80+20)提取效果最好、乙腈-0.2% 甲酸溶液(95+5)和纯甲醇的提取效果相对弱些, 纯乙腈的提取效果最差回收率约 30%, 因此本方法选用乙腈-0.1% 甲酸溶液(80+20)作为提取溶剂。

3.3 滤膜比较 考察了不同品牌、不同材质的滤膜对磺胺类药物的吸附影响。选用了进口的 Millipore Millex-GN 尼龙、PALL-GHP 和国产的 PTFE、尼龙、聚醚砜材质滤膜进行比较, 实验表明国产的 PTFE 对大部分磺胺类药物影响较小, 但对磺胺甲氧嘧啶影响较大, 过滤后损失 50%。其余滤膜对不同的药物均会有一定的影响, 所以本实验最终未使用滤膜过滤。

目前, 高分辨质谱在饲料中药物的筛查应用主要是以液相色谱-四级杆飞行时间质谱为主^[10], 而液相色谱-四级杆-静电场轨道阱质谱的应用则更多在蛋白质组学、代谢组学研究^[11]和食品安全^[12]等方面, 在国内饲料领域的应用甚少。本方法用四级杆-静电场轨道阱质谱建立饲料中药物筛查方法, 也是该技术在饲料领域应用的初探。

本文建立了饲料中 19 种磺胺类药物的超高效液相色谱-四级杆-静电场轨道阱质谱筛查与确证方法。饲料所含成分复杂, 因此采用高选择性、高准确性的分析手段是检测方法建立的关键。本方法通过母离子精确分子质量、二级质谱碎片的精确分子量和液相色谱保留时间信息, 达到对化学物质

准确定性, 可快速、准确地对饲料中磺胺类药物同时进行定性及定量检测。

参考文献:

- [1] 吴永宁, 邵兵, 沈建忠. 兽药残留检测与监控技术[M]. 北京: 化学工业出版社, 2007: 189.
- [2] 赵书景, 贺绍君, 罗国琦, 等. 动物性食品中磺胺类药物残留检测方法的研究进展[J]. 中国畜牧兽医, 2009, 36(8): 60-63.
- [3] GB/T 19542-2007. 饲料中磺胺类药物的测定—高效液相色谱法[S].
- [4] 陈吉之, 闫超. 饲料中 9 种磺胺类药物的 HPLC 法快速分离与检测中国医药工业杂志[J]. 2015, 46(8): 892-894.
- [5] 陈文慧. 高效液相色谱-串联质谱法测定饲料中九种磺胺类药物的残留量[J]. 分析试验室, 2010, 29(9): 52-56.
- [6] 罗辉泰, 黄晓兰, 吴惠勤, 等. 分散固相萃取/高效液相色谱-串联质谱法快速测定饲料中 87 种药物残留[J]. 分析测试学报, 2015, 34(9): 979-985.
- [7] 熊岑, 李苑雯, 郑彦婕, 等. 静电场轨道阱质谱分析技术在食品分析中的应用进展[J]. 食品科学, 2015, 36(13): 283-287.
- [8] 姚凤花, 冯永巍. 高效液相色谱串联飞行时间质谱法快速检测饲料中多种 β -受体激动剂[J]. 食与饲料工业, 2013, 1: 62-64.
- [9] 贡松松, 顾欣, 曹慧, 等. 超高效液相色谱-四级杆飞行时间质谱法快速筛查生鲜牛乳中的 14 种磺胺类药物[J]. 分析测试学报, 2014, 33(12): 1342-1348.
- [10] 吴宁鹏, 班付国, 彭丽, 等. 超高效液相色谱-串联四级杆飞行时间质谱法筛查饲料中 11 种镇静剂类药物[J]. 质谱学报, 2012, 33(2): 94-98, 117.
- [11] 李明, 马家辰, 李红梅, 等. 静电场轨道阱质谱的进展[J]. 质谱学报, 2013, 34(3): 185-192.
- [12] 熊岑, 李苑雯, 郑彦婕, 等. 静电场轨道阱质谱分析技术在食品分析中的应用进展[J]. 食品科学, 2015, 36(13): 283-287.

(编辑: 侯向辉)