

# LC-MS/MS 分析畜禽养殖废弃物中的磺胺类、喹诺酮类以及四环素类抗生素残留

LCMSMS-727

**摘要：** 本文建立了一种使用岛津超高效液相色谱仪和三重四极杆质谱仪联用测定养殖废弃物中喹诺酮类、磺胺类、四环素类兽药残留量的方法。样品经过 EDTA-McIlvaine 提取液、甲醇提取，正己烷除脂后，旋蒸浓缩。复溶液经 HLB 小柱净化，上机测定。采用多反应监测模式（MRM）测定，外标法绘制校准曲线。喹诺酮类、磺胺类、四环素类的校准曲线线性范围在 0.5~200  $\mu\text{g/L}$  间，相关系数 0.995 以上。在猪粪基质中分别进行低、中、高三个浓度（25、50、100  $\mu\text{g/kg}$ ）的添加回收试验，每个加标浓度重复 6 次，添加回收率在 83-108% 之间，相对标准偏差不超过 7.6%。该方法具有分析速度快、重复性好、灵敏度高的特点，适合畜禽养殖废弃物中喹诺酮类、磺胺类、四环素类抗生素的残留的检测。

**关键词：** 三重四极杆液质联用仪 喹诺酮 磺胺 四环素 养殖废弃物

## 技术特点：

- ❖ 根据在研法规趋势，开发了养殖废弃物中 34 种兽药残留同时分析方法。
- ❖ 34 种兽用抗生素在 Shim-pack GIST C18 色谱柱上分离良好。

抗生素在动物体内不能被完全吸收，约 60-90% 会随动物粪便排出。有机肥以畜禽粪便为主要肥源，一般未经处理或简单堆沤后即施放到土壤中。在土壤中较为稳定，过量的抗生素进入环境中，对农田土壤、地表和地下水及生态系统中各类生物产生危害，并诱发和传播各类抗生素耐药细菌，对人类公共健康产生威胁。有研究表明，磺胺类、四环素类和喹诺酮类抗生素是畜禽养殖中最为常用的几种抗生素。国家已颁布《GB/

T 32951-2016 有机肥料中土霉素、四环素、金霉素与强力霉素的含量测定高效液相色谱法》来监控其在有机肥中的含量，但其覆盖的抗生素种类少，无法实现全面的抗生素监测研究。

本文参考该标准，使用岛津超快速液相色谱仪 LC-20AXR 和三重四极杆质谱仪 LCMS-8045 联用，建立了测定养殖废弃物中 34 种兽药残留量的方法，此方法快速、简单、选择性强和灵敏度高，供相关检测人员参考。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器配置

岛津超高效液相色谱与三重四极杆质谱仪联用系统 LCMS-8045。具体配置为：

|            |             |                  |                         |
|------------|-------------|------------------|-------------------------|
| 输 液 泵：     | LC-40D XR×2 | 系 统 控 制 器：       | CBM-40                  |
| 自 动 进 样 器： | SIL-40C XR  | 三 重 四 极 杆 质 谱 仪： | LCMS-8045               |
| 柱 温 箱：     | CTO-40C     | 色 谱 工 作 站：       | LabSolutions Ver. 5.113 |

### 1.2 分析条件

液相色谱条件

|          |  |          |                 |
|----------|--|----------|-----------------|
| 色 谱 柱：   | Shim-pack GIST C18 (100 mm x 2.1 mm I.D., 2.0 $\mu\text{m}$ )，<br>岛津（上海）实验器材有限公司，P/N: 227-30001-04 |          |                 |
| 流 动 相：   | A 相 - 0.1% 甲酸水溶液；B 相 - 乙腈  |          |                 |
| 流 速：     | 0.3 mL/min   | 进 样 量：   | 5 $\mu\text{L}$ |
| 柱 温：     | 40°C   | 洗 针 模 式： | 水：乙腈 (1: 1)     |
| 洗 脱 方 式： | 梯度洗脱，B 相初始浓度为 10%，时间程序见表 1。  |          |                 |

表1 梯度洗脱时间程序

| Time(min) | Module     | Command      | Value |
|-----------|------------|--------------|-------|
| 0.50      | Pumps      | Pump B Conc. | 10    |
| 3.00      | Pumps      | Pump B Conc. | 30    |
| 9.10      | Pumps      | Pump B Conc. | 60    |
| 10.00     | Pumps      | Pump B Conc. | 90    |
| 11.10     | Pumps      | Pump B Conc. | 10    |
| 15.00     | Controller | Stop         |       |

## 质谱条件

|      |             |         |       |
|------|-------------|---------|-------|
| 质谱仪： | LCMS-8045   | 脱溶剂管温度： | 250°C |
| 离子源： | ESI+4.5 kV  | 加热模块温度： | 400°C |
| 雾化气： | 氮气 3 L/min  | 接口温度：   | 300°C |
| 干燥气： | 氮气 10 L/min | 扫描模式：   | MRM   |
| 加热气： | 空气 10 L/min | MRM 参数： | 见表 2  |

表2 MRM 参数

| 编号 | 化合物名称 | 保留时间 (min) | 前体离子   | 产物离子    | Q1 Pre Bias(V) | CE(V) | Q3 Pre Bias(V) |
|----|-------|------------|--------|---------|----------------|-------|----------------|
| 1  | 依诺沙星  | 5.93       | 321.20 | 303.10* | -16            | -20   | -23            |
|    |       |            |        | 203.90  | -16            | -48   | -23            |
| 2  | 氧氟沙星  | 5.90       | 362.20 | 318.20* | -30            | -18   | -24            |
|    |       |            |        | 261.10  | -30            | -28   | -19            |
| 3  | 诺氟沙星  | 6.14       | 320.20 | 302.10* | -16            | -20   | -23            |
|    |       |            |        | 231.10  | -16            | -46   | -28            |
| 4  | 培氟沙星  | 5.93       | 334.20 | 316.20* | -13            | -20   | -24            |
|    |       |            |        | 290.10  | -13            | -16   | -22            |
| 5  | 环丙沙星  | 6.33       | 332.20 | 314.10* | -13            | -16   | -24            |
|    |       |            |        | 231.00  | -13            | -44   | -18            |
| 6  | 洛美沙星  | 6.58       | 352.20 | 265.00* | -18            | -22   | -20            |
|    |       |            |        | 308.20  | -18            | -16   | -23            |
| 7  | 达氟沙星  | 6.45       | 358.20 | 340.10* | -14            | -20   | -26            |
|    |       |            |        | 255.00  | -14            | -42   | -29            |
| 8  | 恩诺沙星  | 6.41       | 360.30 | 342.20* | -29            | -20   | -26            |
|    |       |            |        | 316.20  | -29            | -20   | -24            |
| 9  | 沙拉沙星  | 7.01       | 386.20 | 368.10* | -15            | -20   | -28            |
|    |       |            |        | 299.10  | -15            | -25   | -23            |
| 10 | 双氟沙星  | 6.77       | 400.00 | 356.00* | -17            | -20   | -25            |
|    |       |            |        | 299.00  | -17            | -29   | -28            |
| 11 | 司帕沙星  | 7.78       | 393.00 | 349.00* | -30            | -21   | -24            |
|    |       |            |        | 292.00  | -30            | -21   | -24            |
| 12 | 磺胺醋酰  | 3.58       | 215.00 | 156.00* | -23            | -10   | -29            |
|    |       |            |        | 92.00   | -23            | -23   | -17            |

|    |          |      |        |         |     |     |     |
|----|----------|------|--------|---------|-----|-----|-----|
| 13 | 磺胺嘧啶     | 4.51 | 251.00 | 156.00* | -30 | -15 | -29 |
|    |          |      |        | 92.10   | -30 | -25 | -17 |
| 14 | 磺胺噻唑     | 4.84 | 256.00 | 156.00* | -30 | -14 | -30 |
|    |          |      |        | 92.10   | -30 | -28 | -17 |
| 15 | 磺胺吡啶     | 5.02 | 250.00 | 156.00* | -30 | -16 | -29 |
|    |          |      |        | 92.10   | -30 | -27 | -17 |
| 16 | 磺胺甲基嘧啶   | 5.48 | 265.00 | 156.00* | -30 | -17 | -28 |
|    |          |      |        | 92.10   | -30 | -28 | -17 |
| 17 | 磺胺二甲嘧啶   | 6.31 | 279.00 | 186.00* | -30 | -17 | -20 |
|    |          |      |        | 92.10   | -30 | -31 | -17 |
| 18 | 磺胺甲氧哒嗪   | 6.49 | 281.00 | 156.00* | -30 | -17 | -30 |
|    |          |      |        | 92.10   | -30 | -30 | -17 |
| 19 | 磺胺氯哒嗪    | 6.85 | 285.00 | 156.00* | -30 | -14 | -29 |
|    |          |      |        | 92.10   | -30 | -29 | -17 |
| 20 | 磺胺甲噁唑    | 7.06 | 254.00 | 156.00* | -30 | -16 | -29 |
|    |          |      |        | 92.00   | -30 | -28 | -17 |
| 21 | 磺胺二甲基异噁唑 | 7.35 | 268.00 | 156.00* | -30 | -13 | -16 |
|    |          |      |        | 92.10   | -30 | -27 | -17 |
| 22 | 磺胺间二甲氧嘧啶 | 9.09 | 311.00 | 156.00* | -23 | -22 | -29 |
|    |          |      |        | 92.10   | -23 | -35 | -17 |
| 23 | 磺胺喹噁啉    | 9.48 | 301.00 | 156.00* | -23 | -17 | -29 |
|    |          |      |        | 92.10   | -23 | -30 | -17 |
| 24 | 磺胺甲噻二唑   | 6.20 | 271.00 | 156.00* | -23 | -14 | -16 |
|    |          |      |        | 108.00  | -22 | -23 | -19 |
| 25 | 磺胺间甲氧嘧啶  | 6.49 | 281.00 | 156.00* | -12 | -18 | -16 |
|    |          |      |        | 108.00  | -23 | -18 | -22 |
| 26 | 磺胺邻二甲氧嘧啶 | 9.09 | 311.00 | 156.00* | -28 | -26 | -16 |
|    |          |      |        | 108.00  | -30 | -30 | -19 |
| 27 | 磺胺对甲氧嘧啶  | 6.48 | 281.05 | 156.05* | -30 | -17 | -29 |
|    |          |      |        | 108.10  | -30 | -26 | -21 |
| 28 | 磺胺苯酰     | 8.07 | 277.10 | 156.05* | -15 | -13 | -29 |
|    |          |      |        | 108.10  | -15 | -23 | -20 |
| 29 | 磺胺苯吡唑    | 8.43 | 315.10 | 158.10* | -30 | -28 | -30 |
|    |          |      |        | 156.05  | -30 | -21 | -30 |
| 30 | 土霉素      | 6.18 | 461.20 | 426.00* | -14 | -18 | -23 |
|    |          |      |        | 443.10  | -14 | -14 | -24 |
| 31 | 四环素      | 6.01 | 445.20 | 410.20* | -11 | -22 | -30 |
|    |          |      |        | 427.00  | -11 | -16 | -23 |
| 32 | 金霉素      | 7.87 | 479.20 | 444.10* | -12 | -24 | -23 |
|    |          |      |        | 154.10  | -12 | -28 | -12 |
| 33 | 强力霉素     | 9.27 | 445.20 | 428.20* | -11 | -16 | -23 |
|    |          |      |        | 154.10  | -11 | -34 | -17 |

|    |         |      |        |         |     |     |     |
|----|---------|------|--------|---------|-----|-----|-----|
| 34 | 三甲氧苄胺嘧啶 | 5.41 | 291.10 | 230.20* | -20 | -22 | -25 |
|    |         |      |        | 123.20  | -20 | -23 | -13 |

\* 定量离子对

### 1.3 标准品及试剂

34 种兽药混标溶液：磺胺类 19 种、四环素类 4 种、喹诺酮类 11 种购自天津阿尔塔科技有限公司，浓度均为 100 mg/L；

试剂耗材：InertSep HLB 固相萃取小柱 (SHIMADZU SGLC P/N:5010-81976)，室温保存。正己烷：色谱纯；

甲醇：色谱纯，室温保存；

乙腈：色谱纯，室温保存；

实验用水：由 Milli-Q Plus 水净化系统经去离子与二次净化制得；

甲酸：色谱级，纯度 98%，室温保存；

Mcllvaine 溶液：将 0.2 M 磷酸氢二钠溶液与 0.1 M 柠檬酸溶液按体积比 5: 8 混合；

Na<sub>2</sub>EDTA-Mcllvaine 提取液：c(Na<sub>2</sub>EDTA-Mcllvaine)=0.1M。称取 37.2 g 二水乙二胺四乙酸二钠 (Na<sub>2</sub>-EDTA·2H<sub>2</sub>O) 于 1 L Mcllvaine 溶液中，用 HCl 或 NaOH 调至 pH 4.0。

### 1.4 样品制备

样品前处理方法：称取试样 0.5 g ~ 1 g (精确至 0.001 g) 置于 50 mL 离心管中，加入 EDTA-Mcllvaine 提取液 10 mL，涡旋混匀，再加入 10 mL 甲醇，涡旋混匀，常温超声 15 min，在 4℃ 下 8000 r/min 离心 15 min，上清液转移至另外棕色容器中，重复提取一次，合并提取液，加入 10 mL 正己烷去脂后，过 0.45 μm 微孔滤膜，将过膜后液体在旋转蒸发仪 (水浴温度不超过 40℃ 为宜) 旋蒸至 3 mL~5 mL，用于净化。

HLB 固相萃取柱使用前依次用 5 mL 甲醇和 10 mL 水活化。将以上提取液以 3 mL/min~5 mL/min 流速过柱，用 5 mL 的 15% 甲醇溶液淋洗 HLB 固相萃取柱并抽干，用 10 mL 的 65% 甲醇溶液洗脱目标抗生素，洗脱液于旋转蒸发仪旋蒸至 0.1 mL 以下，用甲醇溶液定容至 1 mL，过 0.22 μm 膜，上机待测。

基质匹配标准溶液配制：不含 34 种兽药的空白样品按照上述方法处理，制备出空白基质。称取适量 34 种标准物质，用甲醇配制 100 mg/L 的混合标准储备溶液；用空白基质将混合标准储备溶液稀释成浓度为 0.5、1、2、5、10、20、50、100、200 μg/L 的基质混合标准工作液。

## ■ 结果与讨论

### 2.1 标准样品色谱图

11 种喹诺酮类、19 种磺胺类以及 4 种四环素类兽药在 9 min 实现了良好的分离，峰形对称无干扰。10 μg/L 标准溶液如下图 1 所示。

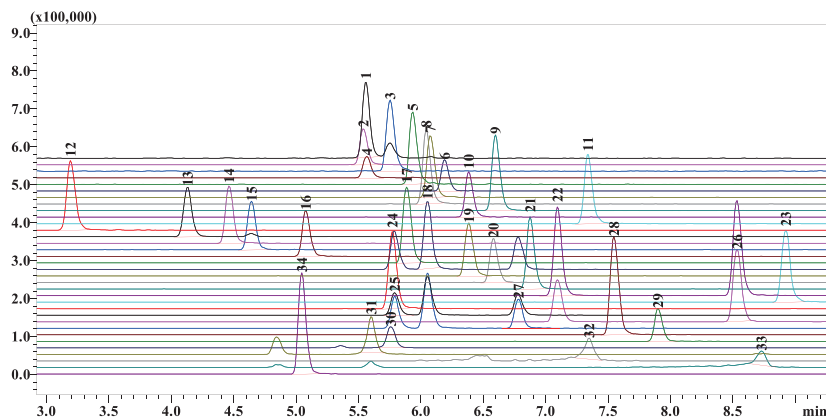


图 1 标准样品的 MRM 色谱图 (10 μg/L)

(1. 依诺沙星、2. 氧氟沙星、3. 诺氟沙星、4. 培氟沙星、5. 环丙沙星、6. 洛美沙星、7. 达氟沙星、8. 恩诺沙星、9. 沙拉沙星、10. 双氟沙星、11. 司帕沙星、12. 磺胺醋酰、13. 磺胺嘧啶、14. 磺胺噻唑、15. 磺胺吡啶、16. 磺胺甲基嘧啶、17. 磺胺二甲嘧啶、18. 磺胺甲氧哒嗪、19. 磺胺氯哒嗪、20. 磺胺甲噻唑、21. 磺胺二甲基异噻唑、22. 磺胺间二甲氧嘧啶、23. 磺胺喹噁啉、24. 磺胺甲噻二唑、25. 磺胺间甲氧嘧啶、26. 磺胺邻二甲氧嘧啶、27. 磺胺对甲氧嘧啶、28. 磺胺苯酰、29. 磺胺苯吡唑、30. 土霉素、31. 四环素、32. 金霉素、33. 强力霉素、34. 三甲氧苄胺嘧啶)

## 2.2 线性及灵敏度

将 0.5-200  $\mu\text{g/L}$  不同浓度的猪粪基质匹配标准工作液按 1.2 中的分析条件进行测定，外标法定量。以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制校准曲线如图 2 所示（篇幅有限，仅显示部分化合物）；所得校准曲线线性关系良好，相关系数  $r > 0.999$ 。根据信噪比  $S/N=3$ 、 $S/N=10$  计算检出限 (LOD)、定量限 (LOQ)，LOD 为 0.03~1.41  $\mu\text{g/kg}$ ，LOQ 为 0.09~4.29  $\mu\text{g/kg}$ 。如下表 3

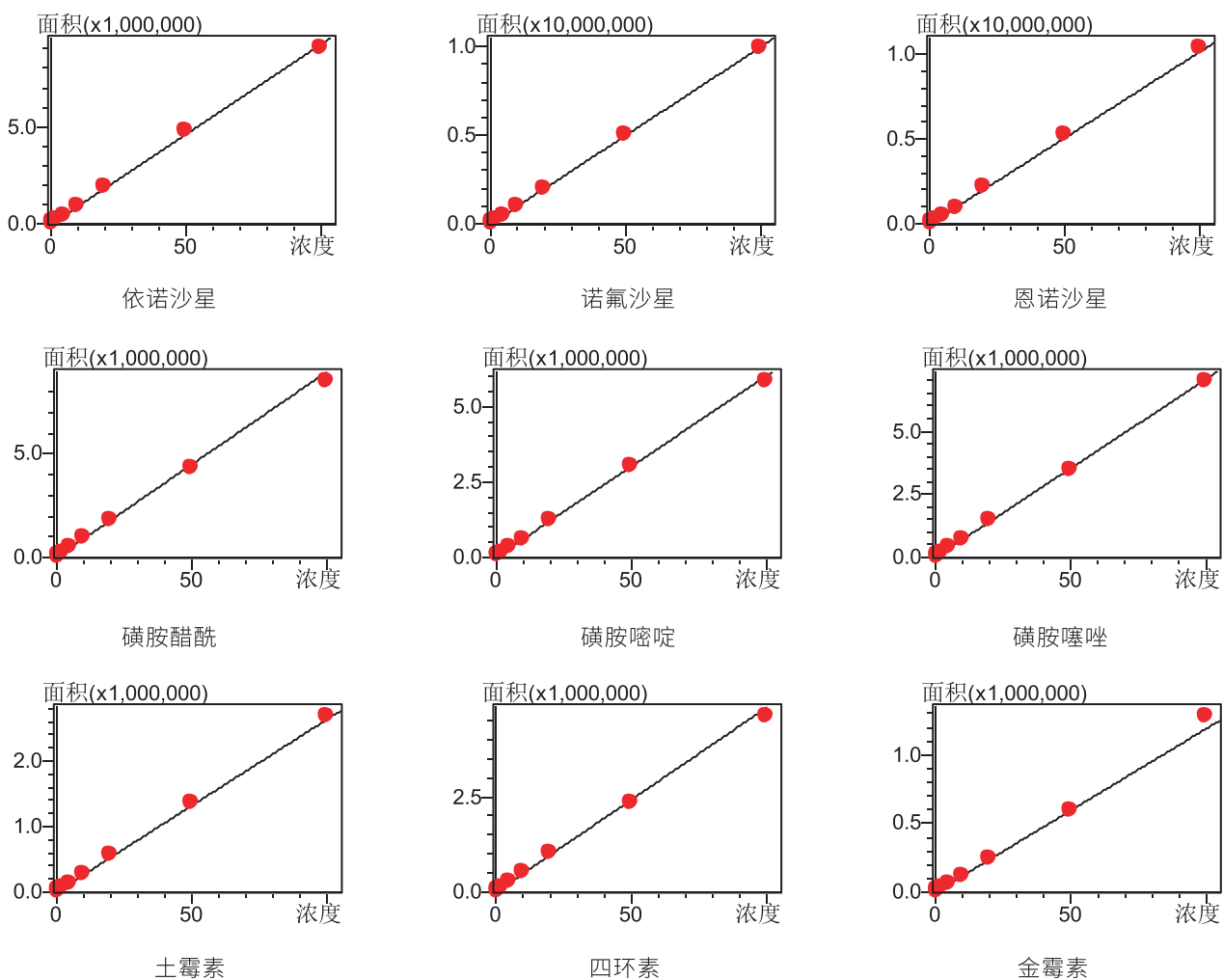


图 2 校准曲线

表 3 线性方程及灵敏度

| 抗生素名称 | 校准曲线            | 线性范围 ( $\mu\text{g/L}$ ) | 相关系数 r | 检出限 ( $\mu\text{g/kg}$ ) | 定量限 ( $\mu\text{g/kg}$ ) |
|-------|-----------------|--------------------------|--------|--------------------------|--------------------------|
| 依诺沙星  | $Y=66861X-4082$ | 1-100                    | 0.9999 | 0.11                     | 0.34                     |
| 氧氟沙星  | $Y=61646X-1677$ | 1-100                    | 0.9992 | 0.04                     | 0.13                     |

|          |                |         |        |      |      |
|----------|----------------|---------|--------|------|------|
| 诺氟沙星     | Y=70310X-3216  | 1-100   | 0.9994 | 0.21 | 0.64 |
| 培氟沙星     | Y=65585X-21161 | 1-100   | 0.9995 | 0.15 | 0.45 |
| 环丙沙星     | Y=69671X-9937  | 1-100   | 0.9990 | 0.11 | 0.32 |
| 洛美沙星     | Y=27506X-5697  | 1-200   | 0.9997 | 0.03 | 0.09 |
| 达氟沙星     | Y=48141X-6066  | 1-200   | 0.9997 | 0.10 | 0.31 |
| 恩诺沙星     | Y=51763X-7576  | 1-200   | 0.9999 | 0.33 | 0.99 |
| 沙拉沙星     | Y=75332X-27194 | 1-200   | 0.9991 | 0.07 | 0.23 |
| 双氟沙星     | Y=39868X-7549  | 1-200   | 0.9996 | 0.05 | 0.15 |
| 司帕沙星     | Y=35552X-5717  | 1-200   | 0.9990 | 0.04 | 0.11 |
| 磺胺醋酰     | Y=62912X+6378  | 0.5-200 | 0.9998 | 0.05 | 0.16 |
| 磺胺嘧啶     | Y=45892X+6244  | 0.5-200 | 0.9998 | 0.03 | 0.10 |
| 磺胺噻唑     | Y=57572X+5205  | 0.5-200 | 0.9994 | 0.05 | 0.15 |
| 磺胺吡啶     | Y=45436X+305   | 0.5-200 | 0.9996 | 0.12 | 0.35 |
| 磺胺甲基嘧啶   | Y=36521X+14314 | 0.5-200 | 0.9990 | 0.04 | 0.13 |
| 磺胺二甲嘧啶   | Y=80469X+7617  | 0.5-200 | 0.9996 | 0.04 | 0.12 |
| 磺胺甲氧哒嗪   | Y=60598X+5021  | 0.5-200 | 0.9995 | 0.05 | 0.14 |
| 磺胺氯哒嗪    | Y=49855X+620   | 0.5-200 | 0.9994 | 0.03 | 0.11 |
| 磺胺甲基异噁唑  | Y=41359X-1958  | 0.5-200 | 0.9995 | 0.04 | 0.12 |
| 磺胺二甲异噁唑  | Y=70393X-1022  | 0.5-200 | 0.9994 | 0.03 | 0.10 |
| 磺胺间二甲氧嘧啶 | Y=83835X+7208  | 0.5-200 | 0.9996 | 0.08 | 0.23 |
| 磺胺喹噁啉    | Y=77301X-1250  | 0.5-200 | 0.9996 | 0.05 | 0.16 |
| 磺胺甲噻二唑   | Y=76963X+245   | 0.5-200 | 0.9995 | 0.04 | 0.11 |
| 磺胺间甲氧嘧啶  | Y=44944X-3418  | 0.5-200 | 0.9998 | 0.09 | 0.27 |
| 磺胺邻二甲氧嘧啶 | Y=73427X+363   | 0.5-200 | 0.9990 | 0.05 | 0.15 |
| 磺胺对甲氧嘧啶  | Y=33310X-3976  | 0.5-200 | 0.9995 | 0.08 | 0.25 |
| 苯甲酰磺胺    | Y=135129X+30   | 0.5-200 | 0.9997 | 0.04 | 0.11 |
| 磺胺苯吡唑    | Y=32253X+7382  | 0.5-200 | 0.9998 | 0.05 | 0.16 |
| 甲氧苄氨嘧啶   | Y=84280X+27936 | 1-100   | 0.9990 | 0.04 | 0.13 |
| 金霉素      | Y=9826X-2922   | 1-200   | 0.9991 | 0.10 | 0.29 |
| 四环素      | Y=37518X-2475  | 1-200   | 0.9995 | 0.11 | 0.33 |
| 土霉素      | Y=23727X-5692  | 1-200   | 0.9997 | 0.04 | 0.11 |
| 强力霉素     | Y=24465X-4058  | 1-100   | 0.9998 | 1.41 | 4.29 |

## 2.2 加标回收率

在鲜猪粪中进行低、中、高三个浓度（25、50、100 μg/kg）的添加回收试验，每个加标浓度重复 6 次，加标回收率如下表 4 所示。添加回收率在 83~108% 之间，相对标准偏差 (RSD) 不超过 7.6%。

表 4 猪粪加标回收率

| No. | 名称       | 25 µg/kg<br>回收率 (%) | RSD (%) | 50 µg/kg<br>回收率 (%) | RSD (%) | 100 µg/kg<br>回收率 (%) | RSD (%) |
|-----|----------|---------------------|---------|---------------------|---------|----------------------|---------|
| 1   | 依诺沙星     | 99.0                | 4.6     | 102.0               | 0.8     | 97.0                 | 2.0     |
| 2   | 氧氟沙星     | 101.0               | 2.6     | 94.0                | 3.1     | 85.0                 | 2.2     |
| 3   | 诺氟沙星     | 98.0                | 3.9     | 103.0               | 1.5     | 99.0                 | 1.9     |
| 4   | 培氟沙星     | 96.0                | 2.3     | 102.0               | 1.7     | 100.0                | 2.6     |
| 5   | 环丙沙星     | 98.0                | 4.4     | 101.0               | 1.8     | 101.0                | 1.3     |
| 6   | 洛美沙星     | 103.0               | 3.3     | 100.0               | 2.9     | 95.0                 | 1.5     |
| 7   | 达氟沙星     | 97.0                | 3.6     | 104.0               | 1.6     | 104.0                | 2.1     |
| 8   | 恩诺沙星     | 100.0               | 4.3     | 106.0               | 1.8     | 108.0                | 2.2     |
| 9   | 沙拉沙星     | 94.0                | 1.6     | 99.0                | 3.2     | 102.0                | 1.2     |
| 10  | 双氟沙星     | 103.0               | 2.1     | 100.0               | 1.4     | 94.0                 | 3.4     |
| 11  | 司帕沙星     | 99.0                | 5.0     | 94.0                | 2.9     | 84.0                 | 2.6     |
| 12  | 磺胺醋酰     | 95.0                | 1.1     | 91.0                | 1.2     | 95.0                 | 2.0     |
| 13  | 磺胺嘧啶     | 96.0                | 3.6     | 94.0                | 1.0     | 97.0                 | 1.7     |
| 14  | 磺胺噻唑     | 97.0                | 2.3     | 92.0                | 2.0     | 96.0                 | 1.4     |
| 15  | 磺胺吡啶     | 96.0                | 1.8     | 94.0                | 1.1     | 96.0                 | 1.5     |
| 16  | 磺胺甲基嘧啶   | 99.0                | 3.7     | 95.0                | 1.6     | 94.0                 | 1.8     |
| 17  | 磺胺二甲嘧啶   | 96.0                | 2.2     | 93.0                | 1.5     | 92.0                 | 1.0     |
| 18  | 磺胺甲氧哒嗪   | 97.0                | 2.5     | 93.0                | 2.0     | 93.0                 | 1.4     |
| 19  | 磺胺氯哒嗪    | 96.0                | 1.8     | 93.0                | 1.5     | 93.0                 | 1.0     |
| 20  | 磺胺甲噁唑    | 95.0                | 3.0     | 92.0                | 1.2     | 92.0                 | 1.9     |
| 21  | 磺胺二甲基异噁唑 | 91.0                | 1.5     | 91.0                | 1.1     | 92.0                 | 2.1     |
| 22  | 磺胺间二甲氧嘧啶 | 96.0                | 2.5     | 93.0                | 1.4     | 93.0                 | 1.0     |
| 23  | 磺胺喹噁啉    | 93.0                | 2.3     | 92.0                | 1.6     | 94.0                 | 0.8     |
| 24  | 磺胺甲噻二唑   | 96.0                | 1.0     | 92.0                | 1.8     | 93.0                 | 1.9     |
| 25  | 磺胺间甲氧嘧啶  | 94.0                | 3.1     | 91.0                | 2.7     | 90.0                 | 1.6     |
| 26  | 磺胺邻二甲氧嘧啶 | 95.0                | 1.4     | 94.0                | 2.2     | 95.0                 | 1.5     |
| 27  | 磺胺对甲氧嘧啶  | 92.0                | 1.8     | 90.0                | 1.2     | 90.0                 | 1.8     |
| 28  | 磺胺苯酰     | 94.0                | 1.2     | 90.0                | 0.8     | 91.0                 | 2.4     |
| 29  | 磺胺苯吡唑    | 94.0                | 1.4     | 95.0                | 3.3     | 94.0                 | 1.2     |
| 30  | 土霉素      | 95.0                | 3.3     | 93.0                | 2.6     | 83.0                 | 7.6     |
| 31  | 四环素      | 98.0                | 4.2     | 101.0               | 5.5     | 89.0                 | 6.3     |
| 32  | 金霉素      | 98.0                | 3.5     | 94.0                | 3.9     | 84.0                 | 6.7     |
| 33  | 强力霉素     | 94.0                | 4.6     | 100.0               | 2.8     | 100.0                | 7.6     |
| 34  | 三甲氧苄胺嘧啶  | 97.0                | 2.9     | 89.0                | 1.6     | 83.0                 | 3.4     |

## ■ 结论

本文建立了一种使用岛津超高效液相色谱仪和三重四极杆质谱仪联用测定测定养殖废弃物中喹诺酮类、磺胺类、四环素类兽药残留量的方法。喹诺酮类、磺胺类、四环素类的校准曲线线性范围在 0.5~200  $\mu\text{g/L}$  间, 相关系数 0.995 以上。在猪粪基质中添加低、中、高三个浓度 (25、50、100  $\mu\text{g/kg}$ ) 的混标, 添加回收率在 83-108% 之间, RSD 不超过 7.6%。该方法具有分析速度快、重复性好、灵敏度高的特点, 适合畜禽养殖废弃物中喹诺酮类、磺胺类、四环素类抗生素的残留的检测

本文研究内容已正式发表, 完整内容请参考文献

1 韩岩松, 郑铎, 黄均明, 保万魁, 刘红芳, 刘蜜, 王旭. 超高效液相色谱-串联质谱法同时测定畜禽粪便中 34 种抗生素含量 [J]. 中国土壤与肥料, 2022(02):216-229.

岛津应用云

