

## GB 31658.17-2021 多兽残 QuEChERS 处理方案 (QuE-UPLC-MS/MS)

磺胺、喹诺酮、四环素类抗生素都是常见人畜共用抗生素，因成本低廉、抗菌活性好被广泛用于养殖。本方法以 GB 31658.17-2021 为参考，用 QuEChERS 方法净化兽残，选择猪肉、猪肝和虾仁为基质做了三水平加标验证，回收率满足 60%~110%，RSD < 10%，符合使用要求，可供客户选择。

### 一、样品提取 (Copure® 兽残专用 QuEChERS 提取管)

准确称取粉碎均匀的肉类样品 2 g 于干净离心管中，加入 2 mL pH=4.0 的 Mcllvaine-Na2EDTA 溶液，涡旋 1 min，加入 10 mL 1% 乙酸乙腈溶液，涡旋 1 min，倒入 Copure® 兽残专用 QuEChERS 提取管 (货号: COQ050051) 涡旋混匀后超声提取 10 min，5000 r/min 离心 2 min，待净化。

### 二、样品净化 (Copure® 兽残专用 QuEChERS 净化管)

取 6 mL 上清液于净化管 (货号: COQ015605)，2500 r/min 涡旋 2 min，8000 r/min 离心 5 min，取上清液 5 mL，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

选同类型空白肉类样品，按上述前处理方法进行操作，取净化后的上清液加入适量的标液后与样品一同氮吹复溶，配制机上机浓度分别为 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：Commasil® 兽残专用柱 BEH T-C18 (2.1 mm×100 mm, 3 µm)

流动相：A：水 (0.1% 甲酸)

B：甲醇：乙腈 =2:8 (0.1% 甲酸)

洗脱方式：梯度洗脱，见表 1

流速：0.3 mL/min

柱温：35°C

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

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	乙酰磺胺	3.43	215.0	108.0、155.9*
2	磺胺吡啶	5.01	250.1	155.8*、183.9
3	磺胺嘧啶	4.10	251.1	92.1、155.9*
4	磺胺甲恶唑	7.77	254.0	108.1、155.9*
5	磺胺噻唑	4.92	256.0	155.9*、92.1
6	磺胺甲基嘧啶	5.32	265.1	155.8*、171.8
7	磺胺二甲异恶唑	8.20	268.0	113.0、155.8*
8	磺胺甲噻二唑	6.41	271.0	92.1、155.9*
9	苯酰磺胺	8.70	277.0	107.9、155.9*
10	磺胺二甲异嘧啶	3.56	279.1	124.0*、185.8
11	磺胺二甲嘧啶	6.16	279.1	155.8、185.8*
12	磺胺甲氧哒嗪	6.51	281.0	155.8*、126.0
13	磺胺对甲氧嘧啶	6.36	281.0	155.9*、214.9
14	磺胺间甲氧嘧啶	7.22	281.0	155.9*、214.9
15	磺胺氯哒嗪	7.30	285.0	92.1、155.9*
16	磺胺邻二甲氧嘧啶	7.71	311.1	155.8*、244.9
17	磺胺间二甲氧嘧啶	9.11	311.1	155.8*、244.8
18	磺胺苯吡唑	9.17	315.0	157.9*、159.9
19	酞磺胺噻唑	8.16	404.0	148.9、255.8*
20	氟甲喹	10.09	262.0	201.9、244.1*
21	噻啶酸	8.64	262.0	215.9、244.1*
22	诺氟沙星	5.15	320.1	233.0、276.0*
23	依诺沙星	4.95	321.1	234.0、303.0*
24	环丙沙星	5.30	332.0	230.9、288.0*
25	培氟沙星	5.21	334.2	290.1*、316.1
26	洛美沙星	5.49	352.0	265.0*、308.0
27	达氟沙星	5.57	358.2	314.1、340.0*
28	恩诺沙星	5.67	360.2	245.0、316.0*
29	氧氟沙星	5.12	362.1	261.1、318.1*
30	马波沙星	4.75	363.1	320.0*、342.0
31	沙拉沙星	6.08	386.2	299.1、342.1*
32	二氟沙星	6.11	400.2	299.0、356.1*
33	多西环素	7.33	445.2	321.0、428.0*
34	四环素	5.55	445.2	410.0*、427.0
35	土霉素	5.38	461.2	426.0*、443.0
36	金霉素	6.88	479.1	444.0*、462.0

## 五、实验结果

表3 兽残加标回收实验结果

目标物	猪肉						猪肝						虾仁					
	10.0 µg/kg		50.0 µg/kg		100.0 µg/kg		10.0 µg/kg		50.0 µg/kg		100.0 µg/kg		10.0 µg/kg		50.0 µg/kg		100.0 µg/kg	
	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	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3	回收率 (%)	RSD (%) n=3
乙酰磺胺	101	3.98	88.8	2.86	80.6	3.95	81.7	5.79	80.6	4.26	73.7	4.85	98.2	3.09	93.6	2.82	82.5	2.71
磺胺吡啶	96.5	1.64	85.9	2.25	86.9	1.73	86.9	5.35	79.0	4.82	79.2	3.97	106	1.64	94.7	1.39	87.5	2.72
磺胺嘧啶	92.5	4.15	81.1	3.27	78.6	4.19	77.1	4.16	73.3	2.75	71.8	2.39	96.9	4.08	91.1	2.23	84.3	2.37
磺胺甲恶唑	101	4.03	87.1	3.02	77.4	3.65	79.2	4.52	83.7	2.85	89.2	3.32	91.7	4.82	101	2.27	89.5	3.11
磺胺噻唑	89.2	5.30	82.3	4.27	80.7	2.64	80.1	3.96	77.1	4.21	80.6	3.35	99.7	1.03	98.8	1.15	87.3	2.13
磺胺甲基嘧啶	97.9	2.77	91.5	1.81	85.6	2.06	82.2	3.66	72.7	3.34	68.4	4.72	94.9	4.35	99.7	3.58	90.4	2.43
磺胺二甲异嘧啶	104	1.61	88.5	1.32	87.8	1.64	87.1	3.74	81.7	2.87	96.3	1.76	85.8	1.93	91.2	2.12	87.9	1.94
磺胺甲噻二唑	100	2.00	80.6	2.71	78.6	2.44	83.9	3.17	67.8	4.27	75.8	3.25	108	1.45	103	1.65	93.9	1.92
苯磺胺	106	1.85	96.1	2.11	93.1	1.24	96.3	1.98	84.0	2.52	107	3.19	97.7	7.30	92.4	4.24	96.9	2.15
磺胺二甲异嘧啶	75.4	2.85	82.1	2.31	78.6	2.26	82.7	6.57	79.4	3.45	81.5	2.59	106	3.89	92.6	2.46	83.1	2.77
磺胺二甲嘧啶	97.9	1.91	93.2	2.04	83.8	2.45	84.5	2.71	82.4	2.24	81.4	2.25	105	6.41	103	4.37	89.9	3.39
磺胺甲氧哒嗪	100	2.43	84.0	2.72	87.4	2.15	83.1	3.86	74.1	4.48	76.3	2.47	108	4.96	102	3.29	90.2	3.34
磺胺对甲氧嘧啶	107	5.02	80.4	4.25	89.6	1.78	82.8	4.43	75.4	4.21	75.1	3.79	110	3.97	101	2.17	90.6	1.68
磺胺间甲氧嘧啶	94.9	5.22	87.2	2.86	88.9	2.41	95.6	4.93	81.8	2.45	84.6	2.82	95.2	5.66	102	3.68	98.3	2.59
磺胺氯哒嗪	102	1.96	87.5	2.36	85.2	2.07	86.4	5.81	74.9	3.65	83.3	2.84	101	2.37	95.2	2.35	90.9	2.14
磺胺邻二甲氧嘧啶	110	3.84	79.8	2.75	87.5	2.35	98.9	3.36	74.7	4.39	80.1	3.26	105	3.22	101	2.79	85.8	2.71
磺胺间二甲氧嘧啶	108	4.24	94.5	2.78	87.6	2.32	82.9	3.44	85.4	2.49	109	3.87	83.8	8.43	107	7.58	98.	3.94
磺胺苯吡唑	105	8.38	96.7	4.94	92.4	3.25	86.1	5.55	88.8	3.24	110	3.73	83.6	3.64	110	6.63	106	6.34
酞磺胺噻唑	98.3	5.77	97.7	4.92	98.1	3.69	91.2	3.24	72.8	4.58	109	3.57	89.5	4.94	90.0	3.62	108	5.27
氟甲喹	100	4.89	106	3.82	91.8	4.27	109	7.77	89.7	4.15	88.4	2.24	85.5	4.14	95.8	2.82	83.7	2.16
噻啶酸	108	2.94	100	2.25	87.4	3.32	96.9	1.88	87.8	2.83	85.8	2.39	87.6	4.82	104	2.43	89.5	2.36
诺氟沙星	79.3	8.19	69.6	5.89	78.3	4.67	84.7	6.05	82.4	4.38	76.7	3.74	69.8	7.32	82.5	4.38	71.8	2.45
依诺沙星	78.9	4.74	78.6	3.22	75.5	2.87	72.2	4.29	77.3	3.38	78.3	3.29	80.2	5.73	94.4	2.42	94.5	3.49
环丙沙星	101	6.55	81.2	4.84	77.8	2.59	85.5	3.22	74.6	3.58	74.7	4.52	74.4	6.12	84.7	2.87	76.9	2.51
培氟沙星	95.6	1.66	90.4	2.08	81.9	2.85	95.4	1.67	84.8	2.65	78.9	2.66	73.2	6.87	91.8	2.78	78.5	3.82
洛美沙星	96.6	5.63	85.3	3.89	77.5	4.82	99.8	6.69	79.4	4.36	76.8	3.37	77.5	6.65	96.9	4.83	82.9	2.87
达氟沙星	99.2	1.87	85.5	2.32	81.6	2.36	95.5	4.85	78.7	4.36	78.4	4.22	76.2	4.89	86.7	2.86	79.7	3.89
恩诺沙星	108	2.66	96.2	3.94	82.7	3.83	105	3.83	87.1	2.78	84.2	2.29	77.4	8.22	100	4.72	78.5	5.93
氧氟沙星	105	4.66	91.7	2.92	84.9	2.88	110	3.54	87.5	3.29	82.7	1.87	82.8	4.16	97.4	2.97	78.7	3.74
马波沙星	86.8	2.81	84.9	1.87	78.4	3.63	90.5	1.99	78.7	2.49	78.6	2.55	76.9	5.21	86.4	2.20	82.5	2.36
沙拉沙星	95.1	7.51	88.9	2.86	86.7	2.73	85.6	7.54	85.0	4.71	81.6	3.74	80.4	5.72	91.2	2.76	78.2	3.85
二氟沙星	98.2	4.76	93.4	2.48	84.9	2.35	87.6	3.72	86.2	2.45	81.7	4.18	86.3	4.22	103	4.16	78.5	3.35
多西环素	81.6	6.06	90.9	4.46	84.8	3.28	92.8	5.28	78.9	2.98	73.9	3.69	68.4	7.91	74.1	4.92	78.9	3.95
四环素	85.8	2.78	72.7	3.66	74.1	3.49	72.4	1.75	64.9	3.85	67.4	3.21	93.2	2.43	78.4	2.39	84.2	3.21
土霉素	72.4	3.41	66.7	4.22	67.4	3.86	78.4	2.41	62.6	4.36	64.8	3.42	81.9	4.58	73.6	2.23	79.8	2.72
金霉素	94.9	3.74	90.6	3.28	85.5	2.77	80.9	2.88	77.6	2.72	76.1	2.19	68.5	5.11	83.3	2.26	88.8	2.18

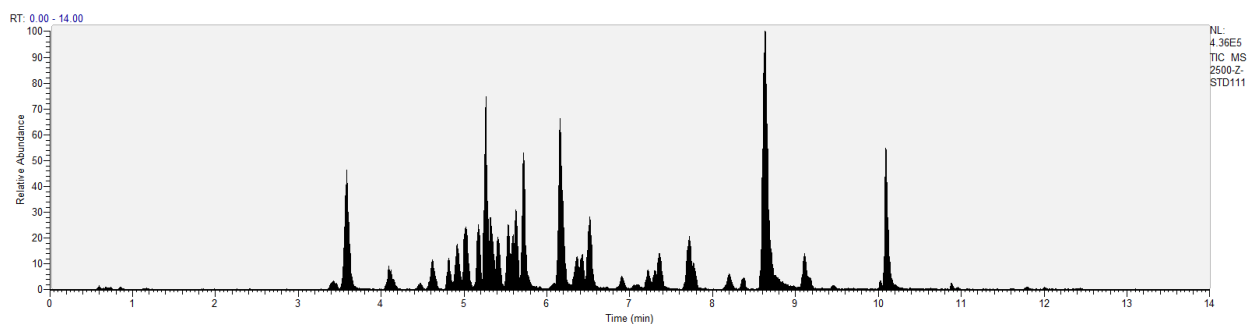


图 1 添加水平为 10 µg/kg 时猪肉样品中磺胺、喹诺酮、四环素类总离子流图

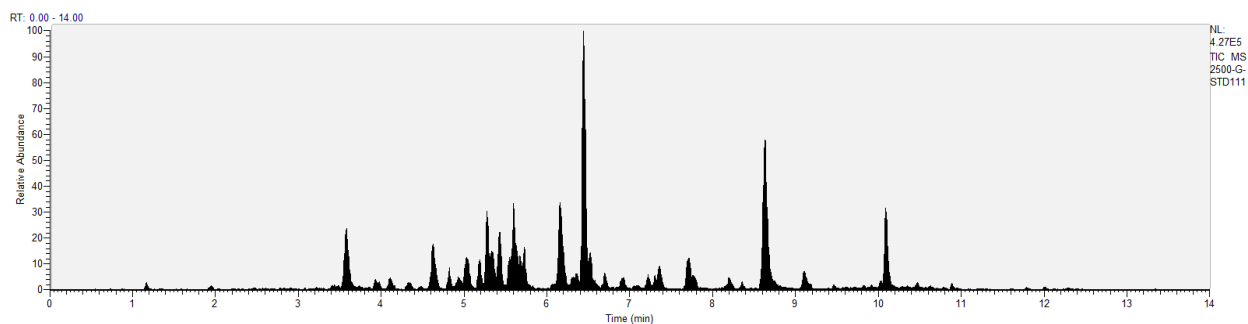


图 2 添加水平为 10 µg/kg 时猪肝样品中磺胺、喹诺酮、四环素类总离子流图

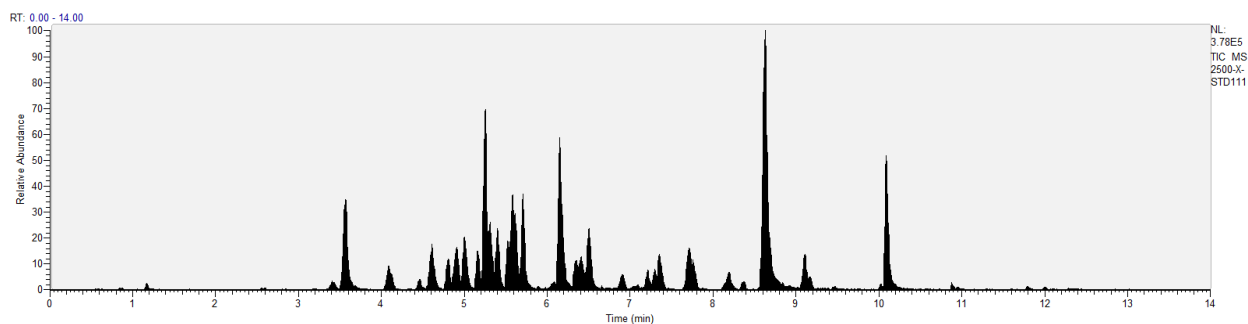


图 2 添加水平为 10 µg/kg 时虾仁样品中磺胺、喹诺酮、四环素类总离子流图

## 订购信息

货号	描述	包装
COQ050051	Copure® 兽残专用 QuEChERS 提取管	50 支 / 盒
COQ015605	Copure® 兽残专用 QuEChERS 净化管 (适用于磺胺类、喹诺酮类、四环素类兽残净化)	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
BN24	智能水浴氮吹仪	1 台 / 箱
SF130-22-NL	Nylon 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