

使用 Agilent Bond Elut QuEChERS 及 EMR 结合液质联用系统测定蜂蜜和蜂王浆中多种磺胺类化合物及其增效剂的残留量

作者

杨霞
安捷伦科技（中国）有限公司

摘要

本文建立了蜂蜜和蜂王浆样品中多种磺胺类化合物及其增效剂多残留的定性定量方法。本方法利用 Agilent Bond Elut QuEChERS 及 EMR 系列产品，分别对蜂蜜和蜂王浆样品中磺胺类化合物进行萃取和净化，并利用安捷伦专利的核壳型色谱柱 Agilent Poroshell 120 PFP 液相色谱柱对目标物进行分离分析。本方法考察了 3 个不同添加水平下的回收率，除了个别极性较强的药物如磺胺咪 (sulfaguanidine) 回收率稍差之外，其它磺胺类化合物的回收率均在可接受的范围内。

前言

磺胺类 (Sulphonamides, SAs) 化合物是一类具有对氨基苯磺酰结构的经典抗生素，其使用种类达 20 多种以上^[1]。因其价格低廉、性质稳定、抗菌谱广、高效等特点，在畜牧业和兽医临床中被广泛应用于预防和治疗细菌感染性疾病。特别是当其与甲氧苄啶 (Trimethoprim, TMP)、二甲氧苄啶、二甲氧甲基苄胺嘧啶等抗菌增效剂联合使用时，可增强其抗菌作用、扩大其治疗范围。因此，在大量抗生素问世的情形下，磺胺类化合物仍是重要的化学治疗药物。但是磺胺类化合物会引起人过敏性反应及病毒的抗药性，且可能有致癌性，其在动物性食品中残留会导致生态环境的污染、造成人类健康的损害。为控制及杜绝此类情况的发生，各类检测方法也随之应运而生。根据日本肯定列表“一律标准”^[1]制度，SAs、TMP 将按照 10 µg/kg 限量标准进行监控；欧盟^[2]已将 SAs 的限量降低为 5 µg/kg，更将 TMP 的 MRL 定为 2 µg/kg。

本文使用 Agilent Bond Elut QuEChERS 及 EMR 系列产品结合液质联用系统，建立了蜂蜜和蜂王浆中多种磺胺类化合物及其增效剂残留量的分析方法，此方法完全满足日本肯定列表和欧盟标准的定性和定量要求。

实验部分

试剂和样品

乙腈、乙酸、甲醇为色谱纯，购于 Honeywell 公司；乙酸胺为分析纯，购于 Fisher Chemicals 公司；所有实验用水为 Millipore Milli-Q 超纯水系统高纯去离子水；23 种磺胺类化合物及其增效剂（见表 1）的标准品由中国农业科学院蜜蜂研究所金玥教授提供，采用乙腈溶剂配置为混合标准溶液，并逐级稀释待用；蜂蜜和蜂王浆样品为市售产品。

仪器和设备

所用分析仪器为 Agilent 1290 Infinity II 液相色谱系统与 Agilent 6470 三重四极杆液质联用系统。

蜂蜜样品所用样品前处理产品为 Agilent Bond Elut QuEChERS 萃取试剂盒（部件号 5982-0032）和 Agilent Bond Elut QuEChERS 分散固相萃取试剂盒（部件号 5982-4950）。

蜂王浆样品所用样品前处理产品为 Agilent Bond Elut QuEChERS 萃取试剂盒（部件号 5982-0032）、Agilent Bond Elut EMR-Lipid 净化管（部件号 5982-1010）和 Agilent Bond Elut EMR-Polish 反萃管（部件号 5982-0101）。

蜂蜜样品前处理

准确称取 5 g 蜂蜜于 50 mL 离心管中，加入 100 μ L 不同混合标准溶液（根据加标水平不同，所加混合标准溶液浓度不同），加 5 mL 水、10 mL 乙腈，涡旋混合 1 min。加入 QuEChERS 萃取试剂盒，剧烈震荡，涡旋混合 1 min。以 8000 rpm 离心 5 min，取 6 mL 上清液，至 QuEChERS 分散固相萃取试剂盒中，充分振摇或涡旋混合 1 min，以 8000 rpm 离心 5 min。取 2 mL 上清液，40 $^{\circ}$ C 氮气吹至近干，加入 0.5 mL 水复溶，待液质联用系统分析。

蜂王浆样品前处理

准确称取 2 g 蜂王浆于 50 mL 离心管中，加入 100 μ L 混合标准溶液（根据加标水平不同，所加混合标准溶液浓度不同），加 5 mL 水、10 mL 乙腈，涡旋混合 1 min。加入 QuEChERS 萃取试剂盒，剧烈震荡，涡旋混合 1 min。以 8000 rpm 离心 5 min，取 5 mL 上清液，至用 5 mL 水活化过的 Bond Elut EMR-Lipid 净化管中，充分振摇或涡旋混合 1 min，以 8000 rpm 离心 5 min，所有上清液转移至 Bond Elut EMR-Polish 反萃管中。充分振摇或涡旋混合 1 min，以 8000 rpm 离心 5 min，取上清液（乙腈层）3 mL，40 $^{\circ}$ C 氮气吹至近干，加入 0.5 mL 水复溶，待液质联用系统分析。

液相色谱条件

色谱柱：	Agilent Poroshell 120 PFP, 2.1 X 100 mm, 2.7 μ m (部件号 695775-408)	
流动相 A：	含 0.1% 乙酸和 5 mmol/L 乙酸胺的水溶液	
流动相 B：	甲醇	
梯度程序：	时间 (min)	B (%)
	0	10
	1	10
	4	30
	8	60
	8.5	90
	9.5	90
	10	10
	12	10
进样量：	5 μ L	
柱温：	40 $^{\circ}$ C	
运行时间：	12 min	
流速：	0.2 mL/min	

质谱条件

离子源：	ESI
模式：	正电离
离子源温度：	325 $^{\circ}$ C
氮气流速：	6 L/min
雾化器压力：	50 psi
鞘气温度：	350 $^{\circ}$ C
鞘气流速：	12 L/min
离子源电压：	3000 V
MS ¹ 和 MS ² 的分辨率：	Unit
扫描模式：	多反应监控 (MRM)
Delta EMV：	400 V
MRM 条件：	如表 1 所示

表 1. 23 种磺胺类化合物及其增效剂的质谱 MRM 优化条件

化合物名称	保留时间 (min)	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	驻留时间 (ms)	碎裂电压 (V)	碰撞能量 (V)	碰撞池加速器电压 (V)
磺胺醋酰 (Sulfacetamide)	4.2	215	108	6	70	20	2
		215	156	6	70	10	2
磺胺脒 (Sulfaguanidine)	2.1	215	92	6	70	25	2
		215	108	6	70	20	2
磺胺吡啶 (Sulfapyridine)	5.3	250	156	6	90	15	2
		250	108	6	90	20	2
磺胺噻唑 (Sulfadiazine)	4.9	251	156	6	135	15	2
		251	108	6	135	20	2
磺胺甲基异噻唑 (Sulfamethoxazole)	7.4	254	156	6	100	10	2
		254	108	6	100	25	2
磺胺噻唑 (Sulfathiazole)	5.2	256	156	6	135	15	2
		256	108	6	135	20	2
磺胺甲基嘧啶 (Sulfamerazine)	5.7	265	156	6	100	18	2
		265	172	6	100	18	2
磺胺异恶唑 (Sulfisoxazole)	7.4	268	156	6	110	10	2
		268	113	6	110	15	2
磺胺甲噻二唑 (Sulfamethizole)	6.5	271	156	6	90	15	2
		271	108	6	90	20	2
二甲氧基甲基苄胺嘧啶 (Ormetoprim)	6.7	275	259	6	120	30	2
		275	123	6	120	30	2
磺胺苯酰 (Sulfabenzamide)	7.5	277	156	6	135	8	2
		277	108	6	135	25	2
磺胺二甲嘧啶 (Sulfadimidine)	6.3	279	186	6	120	15	2
		279	156	6	120	20	2
磺胺甲氧吡嗪 (Sulfamethoxyypyridazine)	6.6	281	156	6	100	15	2
		281	126	6	100	20	2
磺胺间甲氧嘧啶 (Sulfamonomethoxine)	7.6	281	156	6	110	20	2
		281	126	6	110	20	2
磺胺对甲氧嘧啶 (Sulfameter)	6.4	281	156	6	100	15	2
		281	126	6	100	20	2
磺胺氯吡嗪 (Sulfachloropyridazine)	7.0	285	156	6	100	10	2
		285	108	6	100	20	2
磺胺氯吡嗪 (Sulfachloropyrazine)	8.3	285	156	6	120	18	2
		285	130	6	120	30	2
甲氧苄啶 (Trimethoprim)	5.9	291	230	6	120	25	2
		291	261	6	120	25	2
磺胺喹噁啉 (Sulfaquinoxaline)	8.9	301	156	6	110	15	2
		301	108	6	110	25	2
磺胺间二甲氧嘧啶 (Sulfadimethoxine)	9.0	311	156	6	130	25	2
		311	108	6	130	30	2
磺胺邻二甲氧嘧啶 (Sulfadimoxine)	7.5	311	156	6	120	20	2
		311	108	6	120	30	2
磺胺苯吡唑 (Sulfaphenazole)	8.4	315	108	6	135	25	2
		315	222	6	135	15	2
二甲氧苄啶 (Diaveridine)	6.0	261	245	6	50	30	2
		261	123	6	50	30	2

结果与讨论

按照本文所述方法,利用 Bond Elut QuEChERS 对蜂蜜样品中的 22 种磺胺类化合物及其增效剂进行萃取和净化,利用 Bond Elut QuEChERS 及 EMR 对蜂王浆中 23 种磺胺类化合物及其增效剂进行萃取和净化,并均采用 Poroshell 120 PFP 液相色谱柱对目标物进行分析。目标物包括多组同分异构体,其母离子和子离子完全相同, Poroshell 120 PFP 实现了所有同分异构体的完美分离,使其能够准确地进行定量和定性,如图 1 所示。通过对比蜂蜜空白基质和 10 $\mu\text{g/L}$ 添加水平的蜂蜜加标样品(经 Bond Elut QuEChERS 处理后添加 22 种磺胺类化合物)的 TIC 图得到, Bond Elut QuEChERS 可以有效去除杂质,净化效果显著,如图 2 所示。

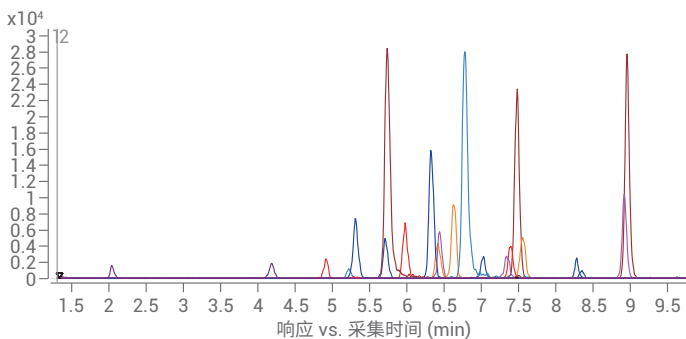


图 1. 1 $\mu\text{g/L}$ 添加水平下蜂蜜中 22 种磺胺类化合物及其增效剂的 MRM 色谱图

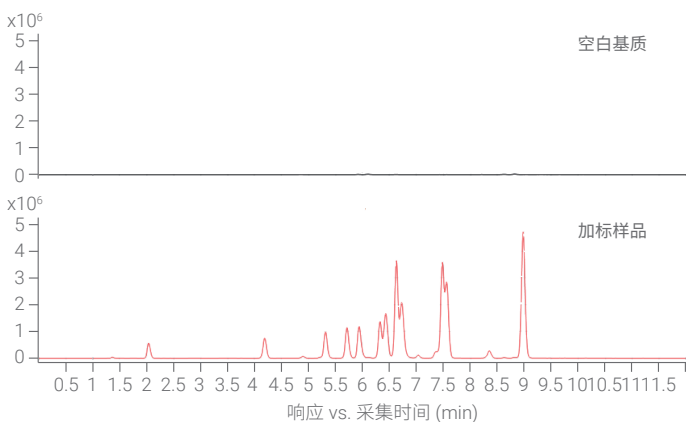


图 2. 蜂蜜空白基质(上图)和经 Bond Elut QuEChERS 处理后添加 22 种磺胺类化合物及其增效剂达 10 $\mu\text{g/L}$ 添加水平的蜂蜜样品(下图)的 TIC 图

如表 2 和表 3 所示蜂蜜和蜂王浆的基质校正标准曲线方程及线性范围,得到蜂蜜中 22 种磺胺类化合物和蜂王浆中 23 种磺胺类化合物的线性相关性良好,除了磺胺苯酰以外,相关系数 R^2 均大于 0.99。

表 2. 22 种磺胺类化合物及其增效剂的蜂蜜基质校正标准曲线方程及线性范围

化合物名称	标准曲线方程	R^2	线性范围 ($\mu\text{g/L}$)
磺胺醋酰 (Sulfacetamide)	$y = 166401 * x + 182295$	0.995	1-50
磺胺脒 (Sulfaguanidine)	$y = 129042 * x + 39318$	0.992	1-50
磺胺吡啶 (Sulfapyridine)	$y = 320162 * x + 3921$	0.995	0.5-100
磺胺嘧啶 (Sulfadiazine)	$y = 18911 * x + 9595$	0.993	1-50
磺胺甲异噁唑 (Sulfamethoxazole)	$y = 44059 * x + 19644$	0.993	0.5-100
磺胺噻唑 (Sulfathiazole)	$y = 10017 * x + 3294$	0.995	1-50
磺胺甲基嘧啶 (Sulfamerazine)	$y = 294557 * x + 33645$	0.999	0.5-50
磺胺异恶唑 (Sulfisoxazole)	$y = 23307 * x + 38801$	0.990	1-100
磺胺甲噻二唑 (Sulfamethizole)	$y = 72352 * x + 29401$	0.991	0.5-100
二甲氧基甲基苄胺嘧啶 (Ormetoprim)	$y = 782391 * x - 148306$	0.995	1-100
磺胺苯酰 (Sulfabenzamide)	$y = 725 * x + 666$	0.981	1-100
磺胺二甲嘧啶 (Sulfadimidine)	$y = 432157 * x - 35157$	0.991	0.5-100
磺胺甲氧吡嗪 (Sulfamethoxy pyridazine)	$y = 1052662 * x + 184213$	0.998	0.5-50
磺胺间甲氧嘧啶 (Sulfamonomethoxine)	$y = 739621 * x + 77206$	0.997	0.5-100
磺胺对甲氧嘧啶 (Sulfameter)	$y = 493271 * x + 25412$	0.995	0.5-100
磺胺氯吡嗪 (Sulfachloropyridazine)	$y = 30759 * x + 17112$	0.992	0.5-100
磺胺氯吡嗪 (Sulfachloropyrazine)	$y = 12062 * x + 7739$	0.995	0.5-100
甲氧苄啶 (Trimethoprim)	$y = 365536 * x + 207131$	0.997	1-50
磺胺喹噁啉 (Sulfaquinoxaline)	$y = 176784 * x + 68607$	0.991	0.5-100
磺胺间二甲氧嘧啶 (Sulfadimethoxine)	$y = 1473107 * x + 40835$	0.999	0.5-100
磺胺邻二甲氧嘧啶 (Sulfadimoxine)	$y = 1151605 * x + 19984$	0.999	0.5-100
磺胺苯吡唑 (Sulfaphenazole)	$y = 96350 * x + 5527$	0.998	0.5-100

表 3. 23 种磺胺类化合物及其增效剂的蜂王浆基质校正标准曲线方程及线性范围

化合物名称	标准曲线方程	R ²	线性范围 (µg/L)
磺胺醋酰 (Sulfacetamide)	$y = 29985 * x - 20181$	0.998	2-100
磺胺脒 (Sulfaguanidine)	$y = 10251 * x - 2622$	0.996	2-100
磺胺吡啶 (Sulfapyridine)	$y = 69486 * x - 131683$	0.999	2-100
磺胺噻唑 (Sulfadiazine)	$y = 12912 * x - 20510$	0.998	2-100
磺胺甲基异噁唑 (Sulfamethoxazole)	$y = 13478 * x - 14002$	0.999	2-100
磺胺噻唑 (Sulfathiazole)	$y = 27189 * x - 47756$	0.999	2-100
二甲氧苄啶 (Diaveridine)	$y = 283347 * x - 368373$	0.999	2-100
磺胺甲基嘧啶 (Sulfamerazine)	$y = 38874 * x - 25564$	0.998	2-100
磺胺异恶唑 (Sulfisoxazole)	$y = 17148 * x - 18517$	0.997	2-100
磺胺甲噻二唑 (Sulfamethizole)	$y = 59805 * x - 77664$	0.998	2-100
二甲氧基甲基苄胺嘧啶 (Ormetoprim)	$y = 596920 * x - 1450101$	0.998	2-100
磺胺苯酰 (Sulfabenzamide)	$y = 752 * x - 1249$	0.997	2-100
磺胺二甲嘧啶 (Sulfadimidine)	$y = 122875 * x - 309032$	0.994	5-100
磺胺甲氧吡嗪 (Sulfamethoxy pyridazine)	$y = 246160 * x - 343677$	0.998	2-100
磺胺间甲氧嘧啶 (Sulfamonomethoxine)	$y = 63961 * x - 70947$	0.997	2-100
磺胺对甲氧嘧啶 (Sulfamer)	$y = 104050 * x - 166240$	0.999	2-100
磺胺氯吡嗪 (Sulfachloropyridazine)	$y = 25023 * x - 27432$	0.997	2-100
磺胺氯吡嗪 (Sulfachloropyrazine)	$y = 4662 * x - 3403$	0.995	2-100
甲氧苄啶 (Trimethoprim)	$y = 113852 * x - 93631$	0.999	1-100
磺胺喹噁啉 (Sulfaquinoxaline)	$y = 21305 * x - 58131$	0.996	2-100
磺胺间二甲氧嘧啶 (Sulfadimethoxine)	$y = 144126 * x - 260964$	0.998	2-100
磺胺邻二甲氧嘧啶 (Sulfadimoxine)	$y = 256580 * x - 187051$	0.998	2-100
磺胺苯吡唑 (Sulfaphenazole)	$y = 2235 * x - 2760$	0.997	2-100

在考察蜂蜜基质回收率时, 分别在 1、5、10 µg/L 三个不同浓度的添加水平下, 采用 Bond Elut QuEChERS 方法对样本进行净化。如表 4 所示, 除了极性较强的磺胺咪的回收率稍差之外, 其它磺胺类化合物的回收率均在 75%-110% 之间; 除了二甲氧基甲基苄胺嘧啶在 5 µg/L 的添加水平下 RSD 稍大、为 23.1% 之外, 其它所有化合物 RSD 均在 20% 以下。

表 4. 22 种磺胺类化合物及其增效剂在蜂蜜中的添加回收率 (n = 3)

化合物名称	添加水平 (µg/L)	平均回收率 (%)	RSD (%)
磺胺醋酰 (Sulfacetamide)	1.0	82.6	2.2
	5.0	91.2	3.9
	10.0	95.6	8.3
磺胺脒 (Sulfaguanidine)	1.0	51.5	1.2
	5.0	58.5	5.2
	10.0	60.7	7.6
磺胺吡啶 (Sulfapyridine)	1.0	92.5	3.1
	5.0	104.1	4.9
	10.0	108.5	6.9
磺胺噻唑 (Sulfadiazine)	1.0	75.5	1.7
	5.0	86.5	5.5
	10.0	96.5	8.2
磺胺甲基异噁唑 (Sulfamethoxazole)	1.0	97.7	2.8
	5.0	102.7	4.1
	10.0	105.0	7.6
磺胺噻唑 (Sulfathiazole)	1.0	78.9	5.8
	5.0	94.0	6.3
	10.0	96.3	7.1
磺胺甲基嘧啶 (Sulfamerazine)	1.0	81.8	0.6
	5.0	93.8	4.0
	10.0	94.6	8.1
磺胺异恶唑 (Sulfisoxazole)	1.0	81.7	4.6
	5.0	105.8	1.9
	10.0	97.7	14.0
磺胺甲噻二唑 (Sulfamethizole)	1.0	87.5	2.5
	5.0	95.8	6.1
	10.0	95.5	7.6
二甲氧基甲基苄胺嘧啶 (Ormetoprim)	1.0	77.5	6.1
	5.0	93.2	23.1
	10.0	96.2	4.2
磺胺苯酰 (Sulfabenzamide)	5.0	97.9	10.8
	10.0	108.0	15.9
	1.0	89.5	1.9
磺胺二甲嘧啶 (Sulfadimidine)	5.0	101.2	3.9
	10.0	102.0	6.4
	1.0	88.3	2.5
磺胺甲氧吡嗪 (Sulfamethoxy pyridazine)	5.0	97.8	5.0
	10.0	99.2	7.4
	1.0	85.4	1.4
磺胺间甲氧嘧啶 (Sulfamonomethoxine)	5.0	94.4	3.0
	10.0	96.8	6.9
	1.0	92.4	0.6
磺胺对甲氧嘧啶 (Sulfamer)	5.0	100.3	3.7
	10.0	105.1	6.7
	1.0	88.6	1.7
磺胺氯吡嗪 (Sulfachloropyridazine)	5.0	102.2	4.7
	10.0	110.5	7.9
	1.0	108.4	6.1
磺胺氯吡嗪 (Sulfachloropyrazine)	5.0	103.4	4.2
	10.0	115.6	6.4

化合物名称	添加水平 (µg/L)	平均回收率 (%)	RSD (%)
甲氧苄啶 (Trimethoprim)	1.0	50.3	7.2
	5.0	81.8	19.9
	10.0	90.2	4.8
磺胺喹噁啉 (Sulfaquinoxaline)	1.0	85.5	2.6
	5.0	99.4	6.8
	10.0	103.7	7.3
磺胺间二甲氧嘧啶 (Sulfadimethoxine)	1.0	94.3	1.0
	5.0	102.7	2.7
	10.0	105.3	7.0
磺胺邻二甲氧嘧啶 (Sulfadimoxine)	1.0	93.4	1.0
	5.0	99.8	3.5
	10.0	102.8	7.0
磺胺苯吡唑 (Sulfaphenazole)	1.0	101.2	0.6
	5.0	98.3	12.2
	10.0	115.5	8.0

但将 Bond Elut QuEChERS 方法用于净化蜂王浆时,发现该方法对个别磺胺类化合物有较强的离子抑制作用,从而导致了被抑制的磺胺类化合物的回收率较差。Bond Elut EMR 的除脂作用可以让弱极性的磺胺类化合物的基质效应更小,从而使回收率更佳,如图 5 所示对比结果。

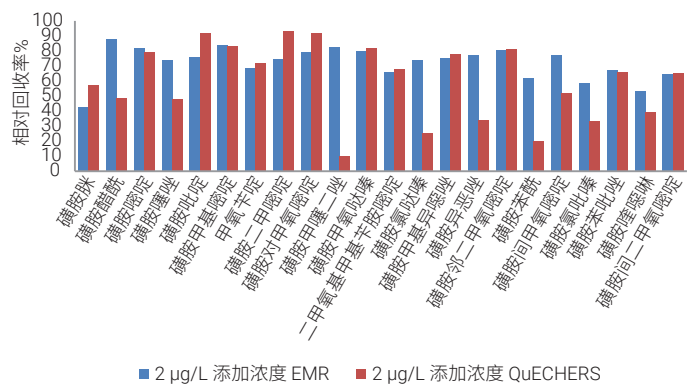


图 3.2 2 µg/L 添加水平下 EMR 和 QuEChERS 方法相对回收率的对比结果

因此在对蜂王浆中 23 种磺胺类化合物及其增效剂进行定性定量分析和在 3 个不同添加水平 (2、5、10 µg/L) 下讨论回收率时,采用 Bond Elut QuEChERS 及 EMR 系列产品进行样品萃取和净化。由于在蜂王浆中甲基苄啶的最低残留量为 2 µg/L,因而在使用 Bond Elut EMR 时,多考察了 1 µg/L 的添加水平。如表 5 所示,除了磺胺脒和磺胺喹噁啉的回收率稍差、为 40%-60% 以外,其它磺胺类化合物的回收率基本都在 60%-110% 之间。

表 5. 23 种磺胺类化合物及其增效剂在蜂王浆中的添加回收率 (n = 3)

化合物名称	添加水平 (µg/L)	平均回收率 (%)	RSD (%)
磺胺醋酰 (Sulfacetamide)	2.0	88.0	12.8
	5.0	99.7	4.0
	10.0	103.3	7.6
磺胺脒 (Sulfaguanidine)	2.0	42.6	18.7
	5.0	54.3	1.9
	10.0	52.7	11.6
磺胺吡啶 (Sulfapyridine)	2.0	75.5	10.1
	5.0	99.9	6.3
	10.0	68.2	15.0
磺胺嘧啶 (Sulfadiazine)	2.0	81.7	13.8
	5.0	94.3	3.1
	10.0	81.4	12.8
磺胺甲基异噁唑 (Sulfamethoxazole)	2.0	75.0	2.3
	5.0	90.1	10.3
	10.0	62.9	15.5
磺胺噻唑 (Sulfathiazole)	2.0	74.1	3.2
	5.0	99.7	7.8
	10.0	61.9	20.7
磺胺甲基嘧啶 (Sulfamerazine)	2.0	83.8	9.7
	5.0	99.2	5.4
	10.0	76.3	12.8
磺胺异恶唑 (Sulfisoxazole)	2.0	77.5	1.1
	5.0	92.4	8.4
	10.0	66.9	18.9
磺胺甲噻二唑 (Sulfamethizole)	2.0	82.5	8.2
	5.0	95.3	7.3
	10.0	66.0	15.8
二甲氧基甲基苄胺嘧啶 (Ormetoprim)	2.0	66.1	9.7
	5.0	75.8	8.7
	10.0	53.4	14.8
磺胺苯酰 (Sulfabenzamide)	2.0	62.8	10.4
	5.0	73.8	16.1
	10.0	61.3	6.1
磺胺二甲嘧啶 (Sulfadimidine)	2.0	74.5	2.6
	5.0	87.7	5.7
	10.0	72.8	11.5
磺胺甲氧吡嗪 (Sulfamethoxy pyridazine)	2.0	79.5	9.3
	5.0	93.2	4.3
	10.0	67.0	14.0
磺胺间甲氧嘧啶 (Sulfamonomethoxine)	2.0	82.5	8.2
	5.0	85.3	12.3
	10.0	64.6	16.5
磺胺对甲氧嘧啶 (Sulfameter)	2.0	78.8	6.5
	5.0	93.2	9.2
	10.0	64.8	11.7
磺胺氯吡嗪 (Sulfachloropyridazine)	2.0	73.6	3.9
	5.0	87.9	12.6
	10.0	62.5	18.5
磺胺氯吡嗪 (Sulfachloropyrazine)	2.0	58.2	9.2
	5.0	78.5	27.0
	10.0	60.3	26.2

化合物名称	添加水平 (µg/L)	平均回收率 (%)	RSD (%)
二甲氧苄啶 (Diaveridine)	2.0	71.3	21.2
	5.0	70.8	5.9
	10.0	51.8	10.4
甲氧苄啶 (Trimethoprim)	1.0	90.4	6.6
	2.0	68.4	7.6
	5.0	73.8	4.0
磺胺喹噁啉 (Sulfaquinoxaline)	10.0	59.1	9.7
	2.0	53.2	18.4
	5.0	50.3	22.3
磺胺间二甲氧嘧啶 (Sulfadimethoxine)	10.0	40.5	27.8
	2.0	64.3	9.5
	5.0	65.7	18.9
磺胺邻二甲氧嘧啶 (Sulfadimoxine)	10.0	49.5	23.4
	2.0	80.4	5.5
	5.0	90.6	8.9
磺胺苯吡唑 (Sulfaphenazole)	10.0	69.8	16.6
	2.0	72.6	5.0
	5.0	81.2	17.3
	10.0	55.3	30.5

作为一种筛查手段，这样的回收率结果基本满足筛查的要求。另外，本实验还采用该方法检测了两种实际样品（市售蜂王浆），所得结果如图 4 所示，并发现其中所含阳性物质。该方法进样量为 5 µL，如果在仪器条件允许的情况下提高进样量，可进一步提高方法的检测限。

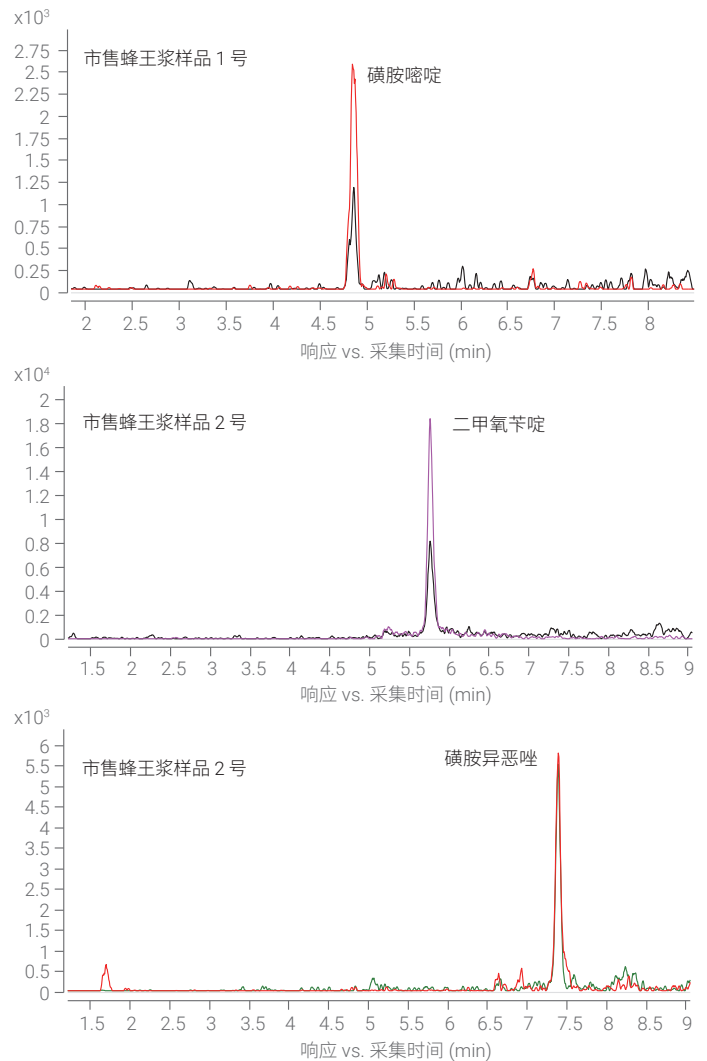


图 4. 两种市售蜂王浆阳性样品的定量和定性色谱图

结论

本文采用 Bond Elut QuEChERS 及 EMR 系列产品、Poroshell 120 PFP 液相色谱柱，建立了准确、快速、重现性好的蜂蜜和蜂王浆中磺胺类化合物及其增效剂的分析方法，完全满足法规的相关要求。标准曲线采用空白基质样品前处理后添加标准品并制备成系列工作溶液的方法进行测定和绘制，保证了回收率的准确性。此外，在不同浓度的添加水平下，考察了多种磺胺类化合物及其增效剂的回收率和 RSD 情况，展现了该方法优异的重现性。另外，我们发现同样方法并不适用于脂肪含量较高的蜂王浆，而增强型基质去除试剂包 EMR-Lipid 对此类高脂含量的基质有最佳的净化效果。

参考文献

1. "Revision of MRLs of agricultural chemicals, feed additives and veterinary drugs in foods (September 16, 2016)". The Japan Food Chemical Research Foundation. Last update: 2016-10-24
2. Commission Decision 2002/657/EC, Off. J. Eur. Commun, 12 August 2002

www.agilent.com

安捷伦对本资料可能存在的错误或由于提供、展示或使用本资料所造成的间接损失不承担任何责任。

本文中的信息、说明和技术指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2017
2017年11月22日，中国印刷
5991-8812ZHCN

