Waters
THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.®

Oasis PRiME HLB-UPLC-MS/MS测定猪肉中78种兽药残留

黄德凤, Kim Van Tran, Michael S. Young, Jeremy C. Shia
沃特世公司

应用优势

- 通过使用Oasis® PRiME HLB这种独特填料的SPE技术，第一次实现了猪肉组织中多种兽药同时分析的样品处理方法。
- 采用通过式的SPE净化策略，使得样品处理过程简单、方便、快速。
- 该方法能清除掉样品中99%的磷脂类基质干扰物，使得质谱分析的基质效应降到最低，从而得到更稳定的数据结果、更长的色谱柱生命周期、更少的仪器维护和宕机时间。

沃特世解决方案

Oasis PRiME HLB SPE
ACQUITY UPLC® I-Class
Xevo® TQ-S系统
QUANPEDIA™数据库
AQUITY UPLC BEH C_{18} 1.7μm色谱柱

关键词

Oasis PRiME HLB，猪肉，多兽药残留

摘要

本实验使用一种新型固相萃取小柱(Oasis PRiME HLB)处理猪肉样品，建立猪肉中多兽药残留同时检测的分析方法。猪肉样品经80%乙腈水溶液提取，Oasis PRiME HLB固相萃取小柱通过式净化，UPLC®-MSMS检测。结果表明，磺胺类、喹诺酮类、β-受体激动剂类、大环内脂类、糖皮质激素类、氯霉素类、头孢类、青霉素类、性激素类等常见的9大类，共78种兽药回收率在50~130%，精密度RSD＜20%(n=3)。该方法简单、快速、准确，适合猪肉中多兽药残留的筛查分析。

ACQUTIY UPLC系统与Xevo TQ-S联用

实验

UPLC条件

系统:	Waters ACQUITY UPLC I-Class FTN
色谱柱:	Waters BEH C_{18}色谱柱 (2.1 x 100mm, 1.7 µm)
流动相:	母液，1 mol/L乙酸铵溶液，pH=5; A:母液稀释100倍的水溶液; B:母液稀释100倍的甲醇溶液
梯度:	0到0.25 min，2% B; 0.25到12.25 min， 2% B升至99% B; 12.25 min到13.00 min， 99% B; 13.00到13.01 min， 99% B到2% B; 13.01到17 min，2% B
流速:	0.45 mL/min
柱温:	45
样品温度:	10 °C
进样量:	5 µL

质谱条件

系统:	Waters Xevo TQ-S
离子源:	ESI+
采集方式:	MRM
毛细管电压:	3.5 kV
离子源温度:	150 °C
脱溶剂气温度:	600 °C
脱溶剂气流速:	1000L/h
锥孔气:	150L/h
碰撞气流速:	0.15mL/min

MRM条件见表1。

介绍

兽药残留(Veterinary drug residue)，是指动物在使用了兽药后，蓄积或储存在动物细胞、组织或器官内的药物原型、有毒性的代谢物或杂质。我国在畜牧养殖方面使用较多的兽药主要有磺胺类、喹诺酮类、β-受体激动剂类、大环内脂类、糖皮质激素类、氯霉素类、头孢类、青霉素类，性激素类等化合物。滥用这些药物易造成畜牧产品的严重污染，并通过代谢途径进入肌肉等动物源性食品中，最终通过食物链在人体内蓄积，并且这些药物具有导致过敏反应和使人体产生抗药性等副作用。因此，监测多种兽药在猪肉为代表的肉制品中的残留对保证食品安全具有积极意义。目前，相关标准和文献报道的多兽药残留的同时检测方法大多按照兽药种类分成若干种检测方法，多种类的兽药同时检测分析受制于缺乏统一的前处理方法而不能实现。同时，开发多兽药残留同时检测的LC/MSMS仪器方法也具有相当的挑战性。

本方法中样品处理采用了沃特世最新的Oasis PRiME HLB 固相萃取小柱，该产品创新的填料技术，无需活化和平衡步骤，能够去除蛋白、盐、磷脂等95%以上的基质干扰物，即使是跟HLB相比，它能够去除比HLB多90%的磷脂，能够有效去除猪肉样品中的大部分基质干扰，获得准确分析结果。

采用沃特世UPLC/Xevo TQ-S系统，结合QUANPEDIA兽药筛查数据库，建立稳定高效的多兽药残留UPLC/MSMS分析方法。

表1. 各化合物MRM方法

中文名	英文名	离子化方式	离子对 (m/z)	锥孔电压 (v)	碰撞能量 (v)
磺胺苯吡唑	Sulfaphenazole	ESI+ ESI+	315.00 > 108.00 315.00 > 156.00	20 20	25 18
磺胺苯酰	Sulfabenzamide	ESI+ ESI+	277.10 > 92.00 277.10 > 156.00	30 30	25 15
磺胺醋酰	Sulfanilacetamide	ESI+ ESI+	215.00 > 91.80 215.00 > 156.00	20 20	22 13
磺胺恶唑	Sulfamoxol	ESI+ ESI+	268.00 > 91.80 268.00 > 155.90	20 20	26 15
磺胺二甲基嘧啶	Sulfamethazine	ESI+ ESI+	279.10 > 124.10 279.10 > 186.00	35 35	25 15
磺胺甲恶唑	Sulfamethoxazole	ESI+ ESI+	254.10 > 92.00 254.10 > 156.00	30 30	25 15
磺胺甲二唑	Sulfamethizole	ESI+ ESI+	271.10 > 92.00 271.10 > 156.00	30 30	25 15
磺胺甲氧哒嗪	Sulfamethoxypyridazine	ESI+ ESI+	281.10 > 92.00 281.10 > 156.00	35 35	25 15
磺胺甲氧嘧啶	Sulfameter	ESI+ ESI+	281.00 > 91.80 281.00 > 155.90	20 20	27 15
磺胺甲嘧啶	Sulfamerazine	ESI+ ESI+	265.10 > 92.00 265.10 > 156.00	35 35	25 15
磺胺间甲氧嘧啶	Sulfamonomethoxine	ESI+ ESI+	281.00 > 92.00 281.00 > 156.00	35 35	35 22
磺胺氯吡嗪	Sulfaclozine	ESI+ ESI+	285.00 > 92.00 285.00 > 155.90	20 20	28 15
磺胺氯哒嗪	Sulfochlorpyridazine	ESI+ ESI+	285.00 > 92.00 285.00 > 155.90	20 20	28 15
磺胺索嘧啶	Sulfisomidine	ESI+ ESI+	279.10 > 123.90 279.10 > 186.00	20 20	20 15
磺胺异恶唑	Sulfisoxazole	ESI+ ESI+	268.00 > 92.00 268.00 > 156.00	30 30	28 13
磺胺吡啶	Sulfapyridine	ESI+ ESI+	250.00 > 108.00 250.00 > 156.00	33 33	25 16
磺胺喹噁啉	Sulfaquinoxaline	ESI+ ESI+	301.10 > 92.20 301.10 > 156.10	32 32	30 16
磺胺嘧啶	Sulfadiazine	ESI+ ESI+	251.00 > 92.00 251.00 > 156.00	30 30	27 15
磺胺噻唑	Sulfathiazole	ESI+ ESI+	256.00 > 92.00 256.00 > 156.00	31 31	25 15
磺胺脒	Sulfaguanidine	ESI+ ESI+	215.00 > 91.80 215.00 > 156.00	20 20	22 13
甲氧苄啶	Trimethoprim	ESI+ ESI+	291.30 > 123.00 291.30 > 230.20	40 40	30 30
氨苯砜	Sulfadione	ESI+ ESI+	249.00 > 107.85 249.00 > 155.90	20 20	21 14
噁喹酸	Oxolinic acid	ESI+ ESI+	262.00 > 216.00 262.00 > 244.00	32 32	30 19
达氟沙星	Danofloxacin	ESI+ ESI+	358.20 > 96.00 358.20 > 314.10	38 38	25 20
恩诺沙星	Enrofloxacin	ESI+ ESI+	360.30 > 316.30 360.30 > 342.30	25 25	20 20

表1. 各化合物MRM方法(续)

中文名	英文名	离子化方式	离子对 (m/z)	锥孔电压 (v)	碰撞能量 (v)
双氟沙星	Difloxacin	ESI+ ESI+	400.30 > 356.20 400.30 > 382.20	30 30	20 20
氟甲喹	Flumequine	ESI+ ESI+	262.10 > 202.00 262.10 > 244.00	35 35	35 15
环丙沙星	Ciprofloxacin	ESI+ ESI+	332.10 > 288.10 332.10 > 314.10	42 42	18 22
洛美沙星	Lomefloxacin	ESI+ ESI+	352.10 > 265.10 352.10 > 308.10	39 39	22 16
麻保沙星	Marbofloxacin	ESI+ ESI+	363.10 > 72.00 363.10 > 320.00	35 35	20 15
诺氟沙星	Norfloxacin	ESI+ ESI+	320.10 > 233.00 320.10 > 276.10	40 40	25 20
培氟沙星	Pefloxacin	ESI+ ESI+	334.10 > 290.10 334.10 > 316.10	42 42	19 19
沙拉沙星	Sarafloxacin	ESI+ ESI+	386.20 > 299.10 386.20 > 342.10	45 45	27 18
西诺沙星	Cinoxacin	ESI+ ESI+	263.20 > 189.10 263.20 > 245.10	35 35	30 15
氧氟沙星	Ofloxacin	ESI+ ESI+	362.30 > 261.30 362.30 > 318.30	25 25	30 20
伊诺沙星	Enoxacin	ESI+ ESI+	321.10 > 232.00 321.10 > 303.10	40 40	30 35
萘啶酸	Nalidixic acid	ESI+ ESI+	233.10 > 187.00 233.10 > 215.00	30 30	25 15
奥比沙星	Orbifloxacin	ESI+	396.10 > 295.10	40	22
克伦特罗	Clenbuterol	ESI+ ESI+	277.10 > 132.00 277.10 > 140.00	25 25	28 46
莱克多巴胺	Ractopamine	ESI+ ESI+	302.20 > 164.10 302.20 > 284.20	25 25	15 12
沙丁胺醇	Salbutamol	ESI+ ESI+	240.20 > 148.10 240.20 > 222.10	25 25	20 12
特布他林	Terbutaline	ESI+ ESI+	226.10 > 107.00 226.10 > 125.00	25 25	26 26
西马特罗	Cimaterol	ESI+ ESI+	220.10 > 143.00 220.10 > 160.10	25 25	24 15
妥布特罗	Tulobuterol	ESI+ ESI+	228.20 > 118.00 228.20 > 154.10	30 30	25 15
氯丙那林	Clorprenaline	ESI+ ESI+	214.00 > 153.80 214.00 > 196.00	20 20	15 10
红霉素	Erythromycin	ESI+ ESI+	734.50 > 158.10 734.50 > 576.50	30 30	30 20
吉他霉素	kitasamycin	ESI+ ESI+	786.40 > 108.86 786.40 > 174.00	20 20	35 30
克林霉素	Clindamycin	ESI+ ESI+	425.20 > 125.90 425.20 > 377.20	20 20	25 18
林可霉素	Lincomycine	ESI+ ESI+	407.40 > 126.15 407.40 > 359.35	40 40	25 20
螺旋霉素	Spiramycin	ESI+ ESI+	422.20 > 101.00 422.20 > 174.10	30 30	20 20

表1. 各化合物MRM方法(续)

中文名	英文名	离子化方式	离子对 (m/z)	锥孔电压 (v)	碰撞能量 (v)
泰乐菌素	Tylosin	ESI+ ESI+	916.50 > 101.10 916.50 > 174.10	60 60	45 40
替米考星	Tilmicosin	ESI+ ESI+	869.50 > 174.20 869.50 > 696.50	25 25	45 40
倍他米松	Betamethasone	ESI- ESI-	361.20 > 307.20 361.20 > 325.20	40 40	18 20
倍氯米松	Beclomethasone	ESI- ESI-	453.30 > 377.20 453.30 > 407.20	23 23	15 12
地塞米松	Dexamethasone	ESI+ ESI+	393.30 > 355.20 393.30 > 373.20	20 20	10 10
甲基泼尼松龙	Methylprednisolone	ESI+	375.20 > 357.30	25	10
可的松	Cortisone	ESI+ ESI+	361.30 > 163.10 361.30 > 342.20	40 40	25 20
泼尼松	Meprednisone	ESI+ ESI+	373.20 > 355.10 373.20 > 357.10	20 20	11 12
氢化可的松	Hydrocortisone	ESI+ ESI+	363.40 > 121.10 363.40 > 327.30	35 35	25 15
泼尼松龙	Prednisolone	ESI+ ESI+	361.20 > 147.00 361.20 > 343.20	25 25	20 10
曲安奈德	Triamcinolone acetonide	ESI+ ESI+	435.40 > 397.30 435.40 > 415.30	25 25	15 5
氯霉素	Chloramphenicol	ESI- ESI-	321.20 > 152.20 321.20 > 257.20	25 25	15 10
甲砜霉素	Thiamphenicol	ESI- ESI-	354.10 > 184.90 354.10 > 290.00	20 20	20 12
氟苯尼考	Florfenicol	ESI- ESI-	356.00 > 185.00 356.00 > 336.00	30 30	17 10
头孢噻肟	Cefotaxime	ESI+ ESI+	456.10 > 167.00 456.10 > 396.20	30 30	20 10
头孢噻呋	Ceftiofur	ESI+	524.20 > 241.10	35	16
头孢匹林	Cephapirin	ESI+ ESI+	424.20 > 152.00 424.20 > 292.20	35 35	20 16
青霉素 V	Penicillin V	ESI+ ESI+	351.10 > 114.00 351.10 > 160.10	23 23	35 10
氨苄青霉素	Ampicillin	ESI+ ESI+	350.20 > 106.00 350.20 > 160.00	30 30	18 12
邻氯青霉素	Cloxacillin	ESI+ ESI+	436.20 > 160.00 436.20 > 277.10	27 27	15 15
双氯青霉素	Dicloxacillin	ESI+ ESI+	470.00 > 211.90 470.00 > 254.00	40 40	40 25
左炔诺孕酮	Norgestrel	ESI+ ESI+	313.20 > 109.00 313.20 > 245.10	38 38	26 18
17-(alpha-)羟孕酮	17-hydroxyprogesterone	ESI+ ESI+	331.20 > 97.00 331.20 > 109.00	32 32	24 23
勃地龙	Boldenone	ESI+ ESI+	287.20 > 121.00 287.20 > 135.00	25 25	22 15
群勃龙	Trenbolone	ESI+ ESI+	271.20 > 199.00 271.20 > 253.10	37 37	22 19

表1. 各化合物MRM方法(续)

中文名	英文名	离子化方式	离子对 (m/z)	锥孔电压 (v)	碰撞能量 (v)
睾酮	Testosterone	ESI+ ESI+	289.20 > 96.85 289.20 > 109.00	38 38	25 21
甲基睾酮	Methyl testosterone	ESI+ ESI+	303.20 > 97.00 303.20 > 109.00	33 33	23 23
诺龙	Nandrolone	ESI+ ESI+	275.10 > 109.00 275.10 > 257.10	36 36	23 15

样品处理

取生鲜猪肉2.50 g，加入80%乙腈水溶液10 mL，旋涡震荡萃取1 min,超声波萃取3 min，10000 r/min高速离心5 min，取5 mL上清液直接加载到6 cc规格PRiME HLB固相萃取柱，无需活化和平衡，保持一秒一滴的流速，收集全部流出液。取4.00 mL流出液在40 ℃下氮气吹至小于0.5 mL，残留液体用10%甲醇水溶液定容至1.00 mL，过0.2 μm微孔滤膜，上LCMSMS测试。

结果与讨论

净化效果

猪肉中大量磷脂的存在，极大地干扰目标化合物的分析，同时降低色谱柱寿命，增大仪器系统的维护成本和难度。试验采用Oasis PRiME HLB固相萃取小柱净化样品，能有效去除磷脂等非极性干扰物。同时，采用通过式净化策略也极大地提高了样品分析通量。通过扫描m/z184的母离子，能近似得到磷脂类化合物的含量信息，图1比较了经PRiME HLB净化前后的空白猪肉样品的磷脂监测信息。

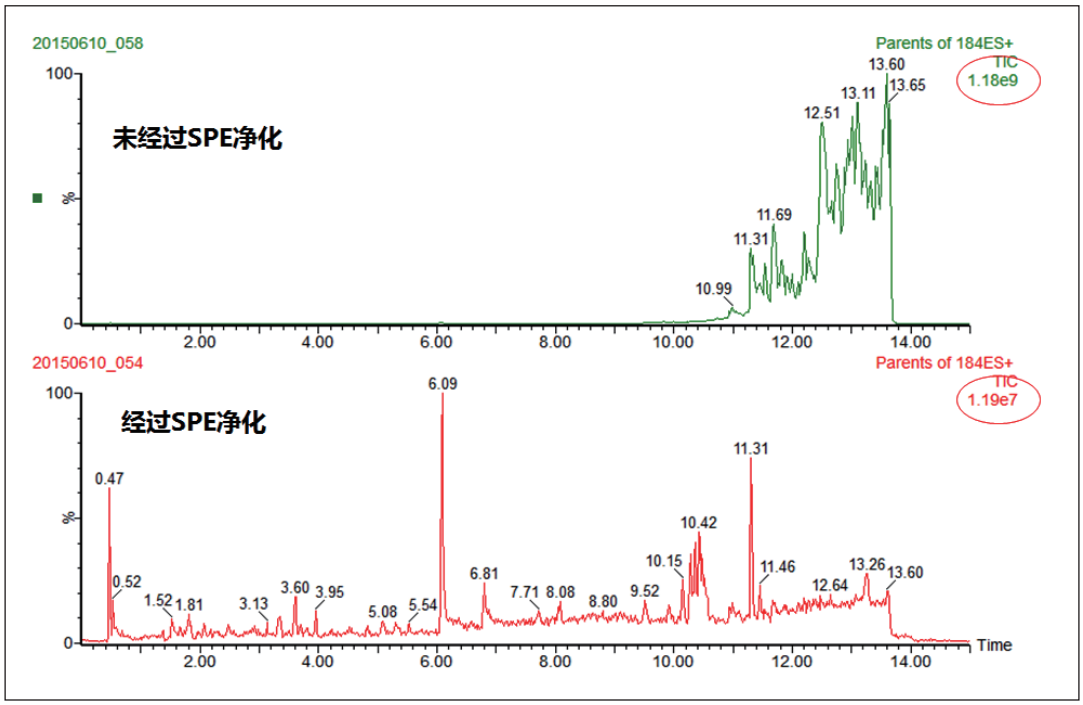

图1. 经PRiME HLB净化前后的空白猪肉样品的磷脂净化效果比较。
注：上图可以看出，经过SPE净化以后的猪肉样品，磷脂类化合物减少99%以上。

仪器方法开发

多残留分析的仪器方法开发费时耗力，且常常带来实验室间方法开发的差异，导致实验室间检测结果的差异。本实验UPLC/MSMS方法的建立使用的QUANPEDIA数据库。库中包含了1000多种化合物的LC-MS/MS方法，这些化合物包含了几乎所有的食品检测所要求的农、兽药种类。QUANPEDIA数据库能够提供现成的仪器方法数据，包括各化合物的从液相条件、采集方法到定量处理方法的完整的方法包供实验人员调用，免去用户的方法开发流程，最大程度的减少了方法开发的难度和误差，减少实验室的工作量和时间、金钱成本。

方法回收率，精密度和保留时间

在空白猪肉中进行添加回收率测定。添加1.0 μg/kg, 5.0 μg/kg 和10.0 μg/kg 3个浓度水平，每个浓度水平添加3个平行样品，按所建立的方法进行测定。定量方法采用空白基质标准曲线，外标法定量。平均加标回收率，精密度和保留时间见表2。

表2. 各化合物的加标回收率、RSD (n=3) 及保留时间

中文名	英文名	1 μg/kg		5 μg/kg		10 μg/kg		保留时间 (min)
		回收率 (%)	RSD(%) n=3	回收率 (%)	RSD(%) n=3	回收率 (%)	RSD(%) n=3	
磺胺苯吡唑	Sulfaphenazole	64.0	8.9	58.7	11.0	72.1	6.3	4.73
磺胺苯酰	Sulfabenzamide	78.9	11.8	69.9	4.5	70.1	4.0	3.48
磺胺醋酰	Sulfanilacetamide	72.2	6.6	75.3	5.6	81.2	4.7	1.71
磺胺恶唑	Sulfamoxol	74.2	7.1	70.2	6.3	74.0	6.4	3.45
磺胺二甲基嘧啶	Sulfamethazine	88.4	2.0	81.0	2.4	87.0	4.5	3.64
磺胺甲恶唑	Sulfamethoxazole	87.4	6.9	78.5	1.7	82.7	3.9	3.82
磺胺甲二唑	Sulfamethizole	90.3	2.4	76.7	5.5	82.3	5.1	3.21
磺胺甲氧哒嗪	Sulfamethoxypyridazine	93.2	1.5	81.6	6.9	83.2	1.3	3.92
磺胺甲氧嘧啶	Sulfameter	80.9	7.4	75.1	6.5	78.2	8.6	3.32
磺胺甲嘧啶	Sulfamerazine	96.5	3.2	81.7	1.3	86.7	1.8	3.02
磺胺间甲氧嘧啶	Sulfamonomethoxine	87.1	3.3	79.0	1.8	82.9	1.8	3.67
磺胺氯吡嗪	Sulfaclozine	72.9	2.9	63.2	4.8	72.8	3.4	4.44
磺胺氯哒嗪	Sulfochlorpyridazine	90.2	7.9	77.0	2.3	78.2	2.6	3.69
磺胺索嘧啶	Sulfisomidine	80.1	5.1	83.8	5.2	83.0	3.9	2.60
磺胺异恶唑	Sulfisoxazole	84.8	7.7	75.8	4.8	78.8	3.0	3.77
磺胺吡啶	Sulfapyridine	82.2	1.7	73.4	2.2	74.6	1.7	2.87
磺胺喹噁啉	Sulfaquinoxaline	75.3	1.9	60.0	22.4	66.4	5.3	5.26
磺胺嘧啶	Sulfadiazine	106.6	8.4	92.1	3.3	92.6	2.2	2.36
磺胺噻唑	Sulfathiazole	83.2	6.8	71.5	3.1	76.8	4.3	2.63
磺胺脒	Sulfaguanidine	90.9	2.0	74.7	1.7	77.8	2.0	0.99
甲氧苄啶	Trimethoprim	83.5	4.6	80.9	6.9	80.7	1.4	3.71
氨苯砜	Sulfadione	-	-	-	-	58.2	7.5	3.27
噁喹酸	Oxolinic acid	94.6	2.9	81.1	2.2	86.3	1.5	5.25
达氟沙星	Danofloxacin	82.6	5.9	81.5	1.6	77.7	1.0	4.18
恩诺沙星	Enrofloxacin	83.6	6.6	75.8	1.9	80.9	1.8	4.98
双氟沙星	Difloxacin	82.5	3.2	66.8	8.4	77.7	3.3	5.52
氟甲喹	Flumequine	77.8	0.5	80.3	1.4	84.9	0.6	6.50
环丙沙星	Ciprofloxacin	75.2	4.4	72.3	2.9	76.3	0.9	3.97

表2. 各化合物的加标回收率、RSD(n=3)及保留时间(续)

中文名	英文名	1 μg/kg		5 μg/kg		10 μg/kg		保留时间(min)
		回收率(%)	RSD(%) n=3	回收率(%)	RSD(%) n=3	回收率(%)	RSD(%) n=3	
洛美沙星	Lomefloxacin	72.2	2.6	74.5	0.8	77.5	2.7	4.19
麻保沙星	Marbofloxacin	79.8	1.8	78.0	2.0	74.3	1.7	3.64
诺氟沙星	Norfloxacin	90.1	1.7	72.9	3.0	75.5	0.8	3.84
培氟沙星	Pefloxacin	80.1	2.3	76.2	3.2	84.3	0.4	4.54
沙拉沙星	Sarafloxacin	79.9	2.2	65.1	5.3	77.3	2.9	4.46
西诺沙星	Cinoxacin	79.5	5.9	86.7	12.0	82.5	2.1	4.14
氧氟沙星	Ofloxacin	75.1	1.4	74.1	1.8	77.8	2.6	3.93
伊诺沙星	Enoxacin	81.6	2.7	81.7	2.1	77.5	1.1	3.76
萘啶酸	Nalidixic acid	89.9	1.4	82.0	0.5	85.7	0.8	6.24
奥比沙星	Orbifloxacin	83.9	2.7	74.4	6.5	79.3	2.0	4.31
克伦特罗	Clenbuterol	91.8	5.6	81.5	3.7	86.9	2.9	4.59
莱克多巴胺	Ractopamine	92.7	5.9	86.9	4.3	81.3	2.5	4.03
沙丁胺醇	Salbutamol	85.6	3.1	81.6	3.9	80.6	2.9	2.46
特布他林	Terbutaline	85.3	1.1	79.8	6.3	77.9	4.3	2.32
西马特罗	Cimaterol	92.0	4.0	79.9	2.5	81.8	4.3	2.22
妥布特罗	Tulobuterol	102.3	1.1	86.3	1.1	91.3	4.5	5.04
氯丙那林	Clorprenaline	80.9	1.0	74.4	1.3	77.4	3.2	4.39
红霉素	Erythromycin	79.3	2.6	81.9	4.6	73.6	3.5	7.70
吉他霉素	kitasamycin	83.3	6.5	64.5	17.2	75.4	2.5	8.91
克林霉素	Clindamycin	84.9	5.1	76.9	6.6	81.9	2.2	7.78
林可霉素	Lincomycine	81.5	1.0	77.3	3.0	82.9	2.5	4.03
螺旋霉素	Spiramycin	-	-	66.3	9.3	60.0	4.3	6.53
泰乐菌素	Tylosin	94.1	7.1	77.4	1.6	77.5	0.8	8.03
替米考星	Tilmicosin	81.3	4.9	73.6	6.6	81.7	1.6	7.13
倍他米松	Betamethasone	90.8	8.3	83.3	24.3	94.8	4.8	7.68
倍氯米松	Beclomethasone	-	-	-	-	87.2	2.0	7.80
地塞米松	Dexamethasone	86.0	6.5	82.5	1.8	87.1	5.2	7.67
甲基泼尼松龙	Methylprednisolone	100.8	2.7	82.0	3.0	88.0	0.5	7.80
可的松	Cortisone	-	-	103.9	3.1	89.2	0.8	6.81
泼尼松	Meprednisone	-	-	86.6	1.2	88.3	1.2	7.66
氢化可的松	Hydrocortisone	-	-	-	-	93.1	2.0	7.08
泼尼松龙	Prednisolone	100.7	9.1	81.9	1.1	92.1	0.7	7.07
曲安奈德	Triamcinolone acetonide	68.3	14.7	78.7	5.9	84.3	4.5	7.81
氯霉素	Chloramphenicol	67.0	10.1	64.6	9.2	74.1	1.8	4.89
甲砜霉素	Thiamphenicol	-	-	72.4	20.9	82.2	10.5	3.18
氟苯尼考	Florfenicol	86.7	20.2	57.6	16.6	77.5	1.9	4.00
头孢噻肟	Cefotaxime	96.8	18.8	59.0	4.7	74.0	1.5	3.43
头孢噻呋	Ceftiofur	-	-	58.5	23.4	66.5	5.0	5.18
头孢匹林	Cephapirin	82.6	12.3	68.1	10.1	70.1	19.4	3.78
青霉素 V	Penicillin V	90.7	11.6	83.2	8.3	79.1	0.7	6.17
氨苄青霉素	Ampicillin	61.2	25.6	68.0	4.3	70.7	5.9	3.44
邻氯青霉素	Cloxacillin	69.3	14.9	76.2	7.0	77.6	1.1	6.70
双氯青霉素	Dicloxacillin	-	-	96.7	2.8	75.2	3.5	7.21

表2. 各化合物的加标回收率、RSD(n=3)及保留时间(续)

中文名	英文名	1 μg/kg		5 μg/kg		10 μg/kg		保留时间 (min)
		回收率 (%)	RSD(%) n=3	回收率 (%)	RSD(%) n=3	回收率 (%)	RSD(%) n=3	
左炔诺孕酮	Norgestrel	43.4	5.0	47.8	4.1	40.9	7.2	8.84
17-(alpha-)羟孕酮	17-hydroxyprogesterone	75.8	2.5	71.1	2.5	69.5	3.0	8.73
勃地龙	Boldenone	89.3	3.0	83.1	1.1	80.2	3.2	8.04
群勃龙	Trenbolone	91.7	15.6	70.5	9.2	69.9	5.6	7.82
睾酮	Testosterone	78.8	4.8	73.7	6.0	70.0	4.1	8.53
甲基睾酮	Methyl testosterone	67.0	4.8	67.5	3.3	62.4	2.7	8.87
诺龙	Nandrolone	85.7	2.2	77.5	0.8	76.7	1.1	8.15

实验结论

实验建立了同时测定78种兽药残留的分析方法。分析结果满足猪肉中兽药残留相关法规的限量要求和回收率，精密度要求。

Oasis PRiME HLB是一种新型的反相SPE吸附剂，它能够去除样品中几乎所有的磷脂类非极性干扰物，而且这种柱子使用起来无需活化和平衡，整个实验流程更简单、更快速、更有效，适合大批量日常分析检测。

QUANPEDIA数据库平台包含多兽药残留分析所需要的LC-MSMS方法，为试验室仪器方法开发带来极大的便利。

扫一扫，关注沃特世微信

Waters

THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.®

Waters, The Science of What's Possible, Oasis, ACQUITY UPLC, UPLC和Xevo是沃特世公司的注册商标。
QUANPEDIA是沃特世公司的商标。其它所有商标均归各自的拥有者所有。

©2015年 沃特世公司 中国印刷 2015年7月

沃特斯中国有限公司
沃特世科技(上海)有限公司

北京：010 - 5209 3866
上海：021 - 6156 2666
广州：020 - 2829 5999
成都：028 - 6578 4990
香港：852 - 2964 1800

免费售后服务热线：800 (400) 820 2676
www.waters.com