

牛奶和鸡蛋中 66 种兽药残留的分析方法

应用及技术服务部

摘要：本实验采用 QuEChERS 结合高效液相色谱串联质谱（LC-MS/MS）建立了牛奶和鸡蛋中 66 种兽药的前处理方法。样品经乙腈提取，Cleanert LipoNo 净化，LC-MS/MS 检测，Kinetex F5 进行分离，外标法进行定量。结果表明，66 种兽药的回收率在 60%~120%之间，RSD 小于 15%，能够满足检测要求。

关键词：兽药；Cleanert LipoNo；LC-MS/MS；

样品信息

表 1 待测组分信息

中文名称	英文名称	CAS 号	分子式	分子量
头孢氨苄	Cephalexin	15686-71-2	C ₁₆ H ₁₇ N ₃ O ₄ S	347.39
头孢匹啉	Cefapirin	21593-23-7	C ₁₇ H ₁₇ N ₃ O ₆ S ₂	423.50
头孢克洛	Cefaclor	53994-73-3	C ₁₅ H ₁₄ ClN ₃ O ₄ S	367.80
头孢拉定	Cephadrine	38821-53-3	C ₁₆ H ₁₉ N ₃ O ₄ S	349.40
头孢他美酯	Cefetamet pivoxyl	65243-33-6	C ₂₀ H ₂₅ N ₅ O ₇ S ₂	511.60
头孢唑啉	Cefazolin	25953-19-9	C ₁₄ H ₁₄ N ₈ O ₄ S ₃	454.50
头孢孟多锂	cefamandole lithium	58648-57-0	C ₁₈ H ₁₇ LiN ₆ O ₅ S ₂	468.50
头孢哌酮钠	Cefoperazone sodium	62893-20-3	C ₂₅ H ₂₆ N ₉ NaO ₈ S ₂	667.70
头孢噻呋	Ceftiofur	80370-57-6	C ₁₉ H ₁₇ N ₅ O ₇ S ₃	523.60
头孢噻肟	Cefotaxime	63527-52-6	C ₁₆ H ₁₇ N ₅ O ₇ S ₂	455.50
头孢洛宁	Cephalonium	5575-21-3	C ₂₀ H ₁₈ N ₄ O ₅ S ₂	458.50
4-硝基咪唑	4-Nitroimidazole	3034-38-6	C ₃ H ₃ N ₃ O ₂	113.08
异丙硝唑	Iprnidazole	14885-29-1	C ₇ H ₁₁ N ₃ O ₂	169.18
2-甲基-5-硝基咪唑	2-Methyl-5-nitroimidazole	696-23-1	C ₄ H ₅ N ₃ O ₂	127.10
洛硝达唑	Ronidazole	7681-76-7	C ₆ H ₈ N ₄ O ₄	200.15
甲硝唑	Metronidazole	443-48-1	C ₆ H ₉ N ₃ O ₃	171.15
氯甲硝咪唑	5-chloro-1-methyl-4-nitroimidazole	4897-25-0	C ₄ H ₄ ClN ₃ O ₂	161.55
中文名称	英文名称	CAS 号	分子式	分子量

地美硝唑	dimetridazole	551-92-8	C ₅ H ₇ N ₃ O ₂	141.13
苯硝咪唑	5-nitrobenzimidazole	94-52-0	C ₇ H ₅ N ₃ O ₂	163.13
羟基甲硝唑	Metronidazole-hydroxy	4812-40-2	C ₆ H ₉ N ₃ O ₄	187.15
羟甲基甲硝咪唑	HMMNI	936-05-0	C ₅ H ₇ N ₃ O ₃	157.13
伊维菌素	Ivermectin	70288-86-7	C ₄₈ H ₇₄ O ₁₄	875.10
红霉素	Erythromycin	114-07-8	C ₃₇ H ₆₇ NO ₁₃	733.90
林可霉素盐酸盐	Lincomycin hydrochloride	859-18-7	C ₁₈ H ₃₅ ClN ₂ O ₆ S	443.00
盐酸克林霉素	Clindamycin hydrochloride	21462-39-5	C ₁₈ H ₃₄ Cl ₂ N ₂ O ₅ S	461.40
替米考星	Tilmicosin	108050-54-0	C ₄₆ H ₈₀ N ₂ O ₁₃	869.10
泰乐菌素	Tylosin	1401-69-0	C ₄₆ H ₇₇ NO ₁₇	916.10
螺旋霉素	Spiramycin	8025-81-8	C ₄₃ H ₇₄ N ₂ O ₁₄	843.10
柱晶白霉素	Sineptina	1392-21-8	C ₄₀ H ₆₇ NO ₁₄	785.96
依普菌素	Eprinomectin	123997-26-2	C ₅₀ H ₇₅ NO ₁₄	914.13
多拉菌素	Doramectin	117704-25-3	C ₅₀ H ₇₄ O ₁₄	899.10
维吉霉素 M1	Virginiamycin M1	21411-53-0	C ₂₈ H ₃₅ N ₃ O ₇	525.60
磺胺脒 (SGN)	Sulfaguanidine	57-67-0	C ₇ H ₁₀ N ₄ O ₂ S	214.25
甲氧苄啶 (TMP)	Trimethoprim	738-70-5	C ₁₄ H ₁₈ N ₄ O ₃	290.32
磺胺二甲异嘧啶 (SIM)	Sulfisomidine	515-64-0	C ₁₂ H ₁₄ N ₄ O ₂ S	278.33
磺胺醋酰 (SAA)	Sulfacetamide	144-80-9	C ₈ H ₁₀ N ₂ O ₃ S	214.24
磺胺嘧啶 (SDZ)	Sulfadiazine	68-35-9	C ₁₀ H ₁₀ N ₄ O ₂ S	250.28
磺胺吡啶 (SPD)	Sulfapyridine	144-83-2	C ₁₁ H ₁₁ N ₃ O ₂ S	249.29
磺胺噻唑 (STZ)	Sulfathiazole	72-14-0	C ₉ H ₉ N ₃ O ₂ S ₂	255.30
磺胺甲基嘧啶 (SMR)	Sulfamerazine	127-79-7	C ₁₁ H ₁₂ N ₄ O ₂ S	264.31
磺胺恶唑 (SMO)	Sulfamoxole	729-99-7	C ₁₁ H ₁₃ N ₃ O ₃ S	267.31
磺胺二甲基嘧啶 (SDM)	Sulfamethazine	57-68-1	C ₁₂ H ₁₄ N ₄ O ₂ S	278.33
磺胺甲氧吡嗪 (SMP)	Sulfamethoxy pyridazine	80-35-3	C ₁₁ H ₁₂ N ₄ O ₃ S	280.31
磺胺甲噻二唑 (SMT)	Sulfamethizole	144-82-1	C ₉ H ₁₀ N ₄ O ₂ S ₂	270.3
磺胺对甲氧嘧啶 (SMD)	Sulfameter	651-06-9	C ₁₁ H ₁₂ N ₄ O ₃ S	280.31
中文名称	英文名称	CAS 号	分子式	分子量

磺胺间甲氧嘧啶 (SMM)	Sulfamonomethoxine	1220-83-3	C ₁₁ H ₁₂ N ₄ O ₃ S	280.31
磺胺氯吡嗪 (SCP)	Sulfachloropyridazine	80-32-0	C ₁₀ H ₉ ClN ₄ O ₂ S	284.72
磺胺多辛(SDX)	Sulfadoxine	2447-57-6	C ₁₂ H ₁₄ N ₄ O ₄ S	310.33
磺胺甲恶唑(SMZ)	Sulfamethoxazole	723-46-6	C ₁₀ H ₁₁ N ₃ O ₃ S	253.28
磺胺异恶唑 (SFZ)	Sulfisoxazole	127-69-5	C ₁₁ H ₁₃ N ₃ O ₃ S	267.31
苯甲酰磺胺(SBA)	Sulfabenzamide	127-71-9	C ₁₃ H ₁₂ N ₂ O ₃ S	276.31
磺胺间二甲氧嘧啶 (SDT)	Sulfadimethoxine	122-11-2	C ₁₂ H ₁₄ N ₄ O ₄ S	310.33
磺胺喹恶啉 (SQX)	Sulfaquinoxaline	59-40-5	C ₁₄ H ₁₂ N ₄ O ₂ S	300.34
磺胺苯吡唑 (SPA)	Sulfaphenazole	526-08-9	C ₁₅ H ₁₄ N ₄ O ₂ S	314.40
磺胺硝苯 (SAN)	Sulfantran	122-16-7	C ₁₄ H ₁₃ N ₃ O ₅ S	335.34
恶喹酸	Oxolinic acid	14698-29-4	C ₁₃ H ₁₁ NO ₅	261.23
沙拉沙星盐酸盐	Sarafloxacin hydrochloride	91296-87-6	C ₂₀ H ₁₈ ClF ₂ N ₃ O ₃	421.80
氟甲喹	Flumequine	42835-25-6	C ₁₄ H ₁₂ FN ₃ O ₃	261.25
恩诺沙星	Enrofloxacin	93106-60-6	C ₁₉ H ₂₂ FN ₃ O ₃	359.40
达氟沙星	Danofloxacin	112398-08-0	C ₁₉ H ₂₀ FN ₃ O ₃	357.40
双氟沙星盐酸盐	Difloxacin hydrochloride	91296-86-5	C ₂₁ H ₂₀ ClF ₂ N ₃ O ₃	435.80
环丙沙星	Ciprofloxacin	85721-33-1	C ₁₇ H ₁₈ FN ₃ O ₃	331.34
盐酸洛美沙星	Lomefloxacin hydrochloride	98079-52-8	C ₁₇ H ₂₀ ClF ₂ N ₃ O ₃	387.80
诺氟沙星	Norfloxacin	70458-96-7	C ₁₆ H ₁₈ FN ₃ O ₃	319.33
甲磺酸培氟沙星	Pefloxacin mesylate	70458-95-6	C ₁₈ H ₂₄ FN ₃ O ₆ S	429.50
氧氟沙星	Ofloxacin	82419-36-1	C ₁₈ H ₂₀ FN ₃ O ₄	361.40

实验部分

仪器、试剂与材料

主要仪器设备

液相色谱串联质谱仪 (AB SCIEX API 5500⁺)，配有电喷雾离子源 (ESI)。

试剂材料

乙腈为色谱纯；水为质谱级；甲酸为分析纯；

Cleanert LipoNo 净化管 (MS-LN0415)；

微孔滤膜 (PTFE)：13 mm×0.45 μm。

样品基质

实验采用的基质为牛奶和鸡蛋，牛奶、鸡蛋均质后于-18 °C 条件下保存。

溶液配制

头孢类混合标准溶液（100mg/L）：外购。混合标准溶液避光 0℃～4℃ 保存，有效期 1 年。

硝基咪唑类混合标准溶液（100mg/L）：外购。混合标准溶液避光 0℃～4℃ 保存，有效期 1 年。

大环内酯类混合标准溶液（100mg/L）：外购。混合标准溶液避光 0℃～4℃ 保存，有效期 1 年。

磺胺类混合标准溶液（100mg/L）：外购。混合标准溶液避光 0℃～4℃ 保存，有效期 1 年。

喹诺酮混合标准溶液（100mg/L）：外购。混合标准溶液避光 0℃～4℃ 保存，有效期 1 年。

混合标准溶液（10mg/L）：精确吸取 5 类混标各 100 μL，用乙腈稀释成 1mL。

基质标准工作曲线：单点定量。精确吸取 10 μL 的混合标准溶液，用空白基质溶液释成质量浓度为 0.10mg/L 的标准工作溶液 1mL，供液相色谱-质谱联用仪测定。

样品制备

样品提取

称取 2.5 g 已均质好的样品于 50 mL 离心管中，先加入 3 颗玻璃均质子球，后加入 50 μL 混合标准溶液，涡旋 1 min 后再加入 8 mL 乙腈，震荡 1 min，超声 15 min，8000 r/min 离心 5 min，上清液待净化。

样品净化

取 3 mL 上清液加入 Cleanert LipoNo 净化管（MS-LN0415）中，振摇 1 min 后，静置 1 min，之后取 0.4 mL 上清液，加 0.8 mL 水（可根据实验情况，确定稀释倍数），混匀后过 0.45 μm PTFE 滤膜，待 LC-MS/MS 分析。

检测条件

色谱柱：Kinetex F5（2.6 μm，100 Å，3.0 × 50 mm）
流动相 A 相：0.1%甲酸水溶液；
流动相 B 相：乙腈；
流 速：0.4 mL/min；
柱 温：40 °C；
进样量：5 μL；
梯度洗脱条件（见表1）

表2. 液相色谱梯度洗脱条件

时间/min	流速/mL/min	A%	B%
0.0	0.4	95	5
1.0	0.4	95	5
1.1	0.4	95	5
9.5	0.4	25	75
9.6	0.4	5	95
11.5	0.4	5	95
11.6	0.4	95	5
16.0	0.4	95	5

质谱条件

离子源类型：电喷雾离子源
扫描方式：正离子扫描
电喷雾电压：正源5500V
离子源温度：550 °C
雾化气：50
辅助加热气：50
气帘气：10
多反应监测：每种农药的保留时间、定量离子对、定性离子对和离子对质谱参数，

参见表3:

表3. 66种兽残质谱参数

物质名称	Q1	Q3	DP/V	CE/V
头孢氨苄	348	158*	40	20
	348	174	40	22
头孢匹啉	423.9	291.8*	55	21
	423.9	151.7	55	29
头孢克洛	367.9	173.8*	55	19
	367.9	105.7	55	27
头孢拉定	350	175.8*	55	17
	350	157.7	55	13
头孢他美酯	512	240.9*	50	25
	512	125.9	50	59
头孢唑啉	455	323*	50	15
	455	156	50	21
头孢孟多酯	463	347*	70	12
	463	158.1	70	23
头孢哌酮钠	646.2	143*	70	45
	646.2	530.2	70	8
头孢噻吩	523.9	241.2*	60	25
	523.9	210.1	60	30
头孢噻肟	456.1	125*	60	60
	456.1	324	60	8
头孢洛宁	459	152*	35	29
	459	123	35	18
4-硝基咪唑	114	67.9*	64	23
	114	83.7	64	19

物质名称	Q1	Q3	DP/V	CE/V
异丙硝唑	169.5	124.3*	65	25
	169.5	109.1	65	35
2-甲基-5-硝基咪唑	128	41.9*	79	42
	128	81.6	79	24
洛硝达唑	201.1	110*	59	25
	201.1	139.7	59	34
甲硝唑	172.1	82.1*	59	24
	172.1	128	59	12
氯甲硝咪唑	161.9	115.8*	76	25
	161.9	144.8	76	22
地美硝唑	142	96.1*	69	25
	142	81.1	69	37
苯硝咪唑	163.9	117.8*	74	30
	163.9	90.9	74	52
羟基甲硝唑	188	125.9*	55	25
	188	144	55	20
羟甲基甲硝咪唑	157.8	140.2*	50	17
	157.8	55.1	50	27
伊维菌素	892.5	569.3*	71	19
	892.5	307	71	37
红霉素	734.4	576.2*	73	45
	734.4	158.2	73	18
林可霉素盐酸盐	407.2	359.2*	30	27
	407.2	126.1	30	32
盐酸克林霉素	425.2	126.1*	50	32
	425.2	377.3	50	27

物质名称	Q1	Q3	DP/V	CE/V
替米考星	869.5	174.4*	120	58
	869.5	696.3	120	44
泰乐菌素	916.4	174.2*	150	47
	916.4	772.2	150	43
螺旋霉素	422.2	101*	110	23
	422.2	174	110	21
柱晶白霉素	772.4	558.4*	76	37
	772.4	215.3	71	45
依普菌素	936.5	490.2*	200	71
	936.5	368.2	200	75
多拉菌素	916.6	331.1*	100	35
	916.6	592.9	100	25
维吉霉素 M1	526.3	508.2*	125	12
	526.3	355.1	125	14
磺胺脒 (SGN)	215	156*	52	17
	215	108	52	29
甲氧苄啶 (TMP)	291.2	230*	95	33
	291.2	261	95	34
磺胺二甲异嘧啶 (SIM)	279.2	92*	80	40
	279.2	186	80	25
磺胺醋酰 (SAA)	215	155.8*	52	17
	215	107.8	52	29
磺胺嘧啶 (SDZ)	251.13	156*	40	22
	251.13	108	40	38
磺胺吡啶 (SPD)	250.12	156*	40	23
	250.12	108	40	32

物质名称	Q1	Q3	DP/V	CE/V
磺胺噻唑 (STZ)	256	156*	40	22
	256	108	40	32
磺胺甲基嘧啶 (SMR)	265.1	156*	82	25
	265.1	172	82	25
磺胺恶唑 (SMO)	268.1	156*	70	22
	268.1	113	70	25
磺胺二甲基嘧啶 (SDM)	279	186*	60	23
	279	156	60	27
磺胺甲氧哒嗪 (SMP)	281.12	156*	75	25
	281.12	108	75	27
磺胺甲噻二唑 (SMT)	271	156*	65	21
	271	108	65	36
磺胺对甲氧嘧啶 (SMD)	281.1	92*	70	40
	281.1	108	70	35
磺胺间甲氧嘧啶 (SMM)	281	156*	75	25
	281	126	75	20
磺胺氯哒嗪 (SCP)	285	156*	65	22
	285	108	65	37
磺胺多辛 (SDX)	311.12	156*	70	30
	311.12	92.1	70	32
磺胺甲恶唑 (SMZ)	254.1	156*	65	22
	254.1	108	65	36
磺胺异恶唑 (SFZ)	268	113*	82	25
	268	156	82	22
苯甲酰磺胺 (SBA)	277.07	156*	60	19
	277.07	108	60	32

物质名称	Q1	Q3	DP/V	CE/V
磺胺间二甲氧嘧啶 (SDT)	311.1	156*	70	28
	311.1	108	70	28
磺胺喹恶啉 (SQX)	301.12	156*	80	24
	301.12	108	80	36
磺胺苯吡唑 (SPA)	315.1	158.1*	90	40
	315.1	222	90	40
磺胺硝苯 (SAN)	336.1	294*	25	13
	336.1	198	25	13
恶喹酸	262.07	244*	70	26
	262.07	216	70	40
沙拉沙星盐酸盐	386	342*	80	25
	386	299	80	38
氟甲喹	262	202*	77	42
	262	244	77	23
恩诺沙星	360	316*	80	25
	360	245	80	35
达氟沙星	358.2	340*	77	30
	358.2	283	77	24
双氟沙星盐酸盐	400	356*	80	28
	400	299	80	41
环丙沙星	332.1	288*	135	25
	332.1	245	135	33
盐酸洛美沙星	352	265*	80	28
	352	308	80	33
诺氟沙星	320	302.1*	130	25
	320	231.1	130	40

物质名称	Q1	Q3	DP/V	CE/V
甲磺酸培氟沙星	334.2	316*	80	27
	334.2	290	80	25
氧氟沙星	362	318*	130	26
	362	261	130	38

注：“*”为定量离子。

结果与讨论

由表 4、5 可知，采用 QuEChERS 方法结合液相色谱串联质谱的方法检测牛奶和鸡蛋中 66 种兽残，加标回收率在 60%~120%之间，能够满足检测要求。由图可知，用 Kinetex F5 色谱柱检测多兽残，峰形良好，且保留时间稳定。

表 4. 牛奶中 66 种兽残加标回收实验结果 (添加水平 0.2 mg/kg)

化合物	回收率%	RSD%	化合物	回收率%	RSD%
头孢氨苄	64.52	0.31	地美硝唑	83.26	3.98
头孢匹喹	73.41	8.38	苯硝咪唑	95.40	0.85
头孢克洛	60.39	3.52	羟基甲硝唑	78.74	3.69
头孢拉定	59.96	1.33	羟甲基甲硝咪唑	91.02	0.41
头孢他美酯	81.51	9.11	伊维菌素	64.62	2.22
头孢唑林	73.68	4.83	红霉素	108.42	7.59
头孢孟多锂	90.55	8.10	林可霉素盐酸盐	91.85	4.32
头孢哌酮	73.83	9.32	盐酸克林霉素	94.47	4.35
头孢噻吩	78.64	4.46	替米考星	82.19	4.00
头孢噻肟	74.85	3.83	泰乐菌素	84.90	0.82
头孢洛宁	71.79	6.05	螺旋霉素	91.21	11.74
4-硝基咪唑	82.51	5.53	柱晶白霉素	92.25	4.57
异丙硝唑	85.33	14.13	依普菌素	82.21	0.86
2-甲基-5-硝基咪唑	82.39	7.45	多拉菌素	60.38	8.73
洛硝达唑	94.03	12.55	维吉尼霉素 M1	100.67	9.48
甲硝唑	83.76	8.56	磺胺脒(SGN)	89.77	4.34
氯甲硝咪唑	75.78	2.15	甲氧苄啶(TMP)	115.70	2.80

化合物	回收率%	RSD%	化合物	回收率%	RSD%
磺胺二甲异嘧啶(SIM)	115.90	3.13	苯甲酰磺胺(SBA)	92.57	5.46
磺胺醋酰(SAA)	87.72	2.08	磺胺间二甲氧嘧啶(SDT)	116.20	2.05
磺胺嘧啶(SDZ)	116.80	1.37	磺胺喹恶啉(SQX)	114.56	4.06
磺胺吡啶(SPD)	119.55	3.82	磺胺苯吡唑(SPA)	110.07	4.06
磺胺噻唑(STZ)	116.23	3.85	磺胺硝苯(SAN)	96.39	12.91
磺胺甲基嘧啶(SMR)	119.62	0.39	恶喹酸	104.57	2.16
磺胺恶唑(SMO)	117.54	3.11	沙拉沙星盐酸盐	60.94	14.59
磺胺二甲基嘧啶(SDM)	118.81	2.80	氟甲喹	88.23	6.08
磺胺甲氧哒嗪(SMP)	119.07	2.70	恩诺沙星	87.35	3.57
磺胺甲噻二唑(SMT)	120.32	1.05	达氟沙星	77.26	12.33
磺胺对甲氧嘧啶(SMD)	117.59	2.83	双氟沙星盐酸盐	73.97	4.65
磺胺间甲氧嘧啶(SMM)	119.38	1.10	环丙沙星	60.81	3.91
磺胺氯哒嗪(SCP)	118.04	0.09	盐酸洛美沙星	74.08	1.07
磺胺多辛(SDX)	117.33	2.62	诺氟沙星	68.93	5.32
磺胺甲恶唑(SMZ)	101.29	7.00	甲磺酸培氟沙星	87.84	6.99
磺胺异恶唑(SFZ)	117.81	5.11	氧氟沙星	83.49	6.24

表 5. 鸡蛋中 66 种兽残加标回收实验结果 (添加水平 0.2 mg/kg)

化合物	回收率%	RSD%	化合物	回收率%	RSD%
头孢氨苄	63.37	1.36	头孢洛宁	60.53	5.58
头孢匹啉	77.30	6.93	4-硝基咪唑	76.61	4.21
头孢克洛	60.08	2.50	异丙硝唑	70.44	8.38
头孢拉定	60.82	3.89	2-甲基-5-硝基咪唑	79.88	4.98
头孢他美酯	78.10	2.34	洛硝达唑	70.83	6.70
头孢唑林	70.53	7.35	甲硝唑	81.90	3.85
头孢孟多锂	79.22	6.80	氯甲硝咪唑	61.21	1.20
头孢哌酮	67.15	5.25	地美硝唑	74.87	1.90
头孢噻呋	66.10	7.40	苯硝咪唑	75.37	1.12
头孢噻肟	64.40	2.58	羟基甲硝唑	78.89	2.90

化合物	回收率%	RSD%	化合物	回收率%	RSD%
羟甲基甲硝咪唑	80.80	4.46	磺胺甲噻二唑(SMT)	118.10	2.19
伊维菌素	60.03	2.10	磺胺对甲氧嘧啶(SMD)	120.37	0.28
红霉素	72.44	5.07	磺胺间甲氧嘧啶(SMM)	120.41	0.44
林可霉素盐酸盐	102.14	4.96	磺胺氯哒嗪(SCP)	98.79	7.16
盐酸克林霉素	72.61	4.02	磺胺多辛(SDX)	114.28	7.47
替米考星	66.86	1.26	磺胺甲恶唑(SMZ)	86.70	5.62
泰乐菌素	66.42	8.40	磺胺异恶唑(SFZ)	80.81	3.43
螺旋霉素	73.50	14.53	苯甲酰磺胺(SBA)	83.53	3.19
柱晶白霉素	61.27	2.68	磺胺间二甲氧嘧啶(SDT)	115.41	6.35
依普菌素	69.21	5.07	磺胺喹恶啉(SQX)	103.48	10.74
多拉菌素	62.78	2.39	磺胺苯吡唑(SPA)	99.74	7.17
维吉尼霉素 M1	70.98	3.65	磺胺硝苯(SAN)	69.03	6.26
磺胺脒(SGN)	74.61	2.52	恶喹酸	87.06	9.17
甲氧苄啶(TMP)	114.43	2.78	沙拉沙星盐酸盐	61.39	0.91
磺胺二甲异嘧啶(SIM)	117.25	6.80	氟甲喹	68.08	10.39
磺胺醋酰(SAA)	76.01	5.90	恩诺沙星	77.38	0.15
磺胺嘧啶(SDZ)	112.97	4.72	达氟沙星	64.70	1.06
磺胺吡啶(SPD)	119.71	2.95	双氟沙星盐酸盐	61.15	2.34
磺胺噻唑(STZ)	120.32	0.69	环丙沙星	61.74	2.06
磺胺甲基嘧啶(SMR)	113.24	12.27	盐酸洛美沙星	62.45	1.69
磺胺恶唑(SMO)	119.41	1.72	诺氟沙星	61.86	1.59
磺胺二甲基嘧啶(SDM)	115.25	4.90	甲磺酸培氟沙星	66.49	10.31
磺胺甲氧哒嗪(SMP)	118.37	0.55	氧氟沙星	63.46	1.24

实验谱图

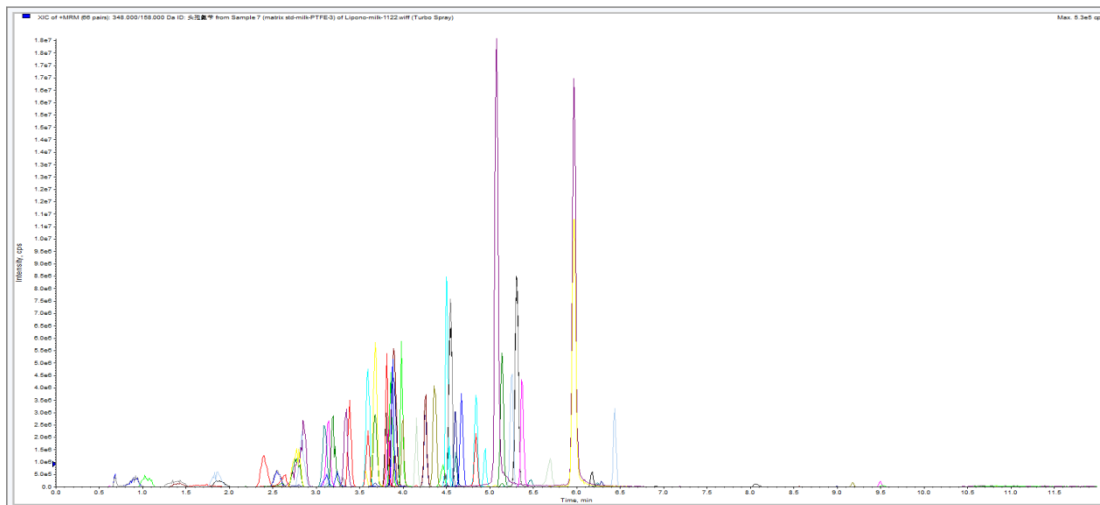


图 1. 0.10 mg/kg 牛奶基质加标 LC-MS/MS 色谱图

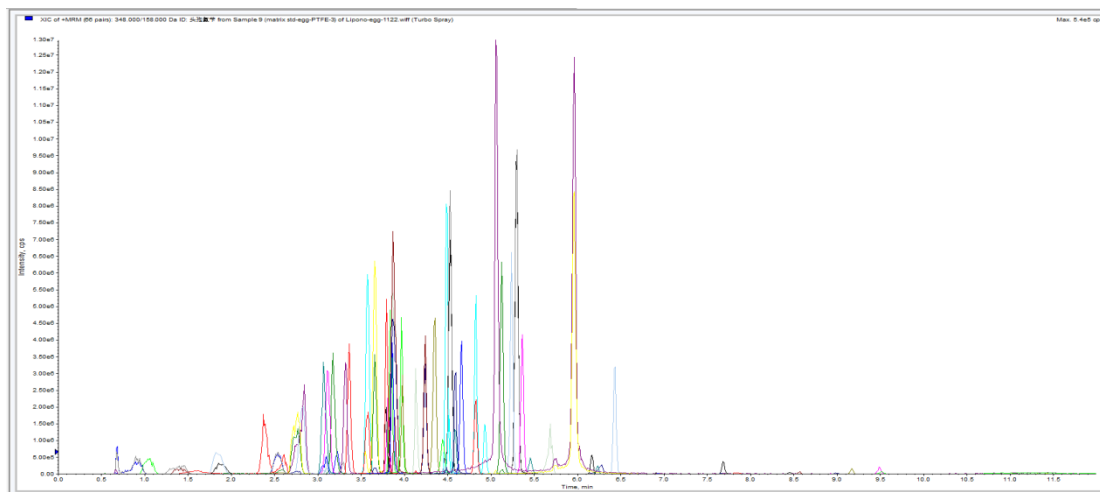


图 2. 0.10 mg/kg 鸡蛋基质加标 LC-MS/MS 色谱图

结论

本实验建立了牛奶和鸡蛋中 66 种兽残的前处理方法，并结合 LC-MS/MS 对样品进行了检测。结果表明，牛奶和鸡蛋种 66 种兽残加标回收率在 60% ~ 120% 之间，RSD 值均小于 15%，平行性良好，能够满足实验要求。说明该方法适用于牛奶和鸡蛋中 66 种兽残的同时检测。