



立玖生物科技
LIJIU BIOTECHNOLOGY



GB 31658.17-2021 食品安全国家标准 动物性食品中四环素类、磺胺类和喹诺酮类药物残留量的测定 液相色谱-串联质谱法溶剂解决方案



立玖生物科技
LIJIU BIOTECHNOLOGY

TEAM

年轻

拼搏

创新

团结

专业



- ◆ 211、985院校硕士以上毕业生
- ◆ 丰富的应用方法开发经验

- 公司组建了一支**技术实力雄厚**的研发和应用团队。
- 本团队由一群具有**创新**意识、拥有**共同目标**、有着不同专业知识背景的朝气蓬勃的年轻人组成的一个不可分割的整体。
团队成员中**硕士及以上学历以及多年工作经验的。**
- 立玖生物科技主要以解决客户的问题，在面对国标方法等特殊项目有良好的研发专业建议。

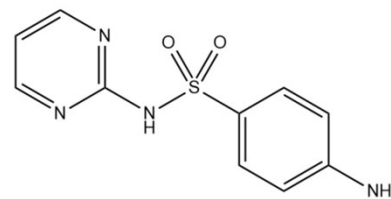


立玖生物科技
LIJIU BIOTECHNOLOGY

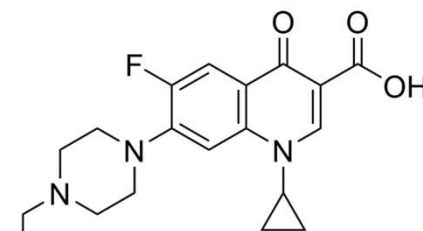
实验背景——GB 31658.17-2021

实验目的

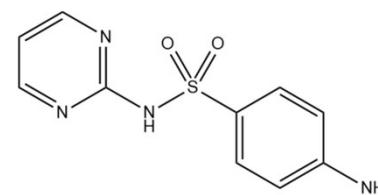
样品信息



磺胺嘧啶的结构式



恩诺沙星的结构式

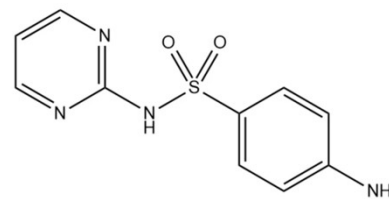


磺胺嘧啶的结构式

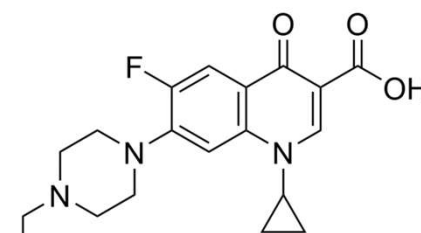


适用范围——GB 31658.17-2021

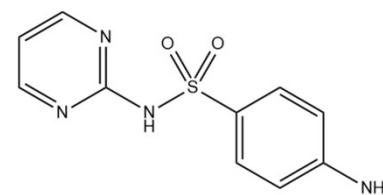
本检验细则适用于牛、羊、猪和鸡的肌肉、肝脏和肾脏组织中四环素类（四环素、金霉素、土霉素、多西环素）、磺胺类（乙酰磺胺、磺胺吡啶、磺胺嘧啶、磺胺甲噁唑、磺胺噻唑、磺胺甲噁啉、磺胺二甲异噁唑、磺胺甲噻二唑、苯甲酰磺胺、磺胺二甲异嘧啶、磺胺二甲嘧啶、磺胺间甲氧嘧啶、磺胺甲氧哒嗪、磺胺对甲氧嘧啶、磺胺氯哒嗪、磺胺邻二甲氧嘧啶、磺胺间二甲氧嘧啶、磺胺苯吡唑、酞磺胺噻唑）和喹诺酮类（诺氟沙星、依诺沙星、环丙沙星、培氟沙星、洛美沙星、达氟沙星、恩诺沙星、氧氟沙星、麻保沙星、沙拉沙星、二氟沙星、噁喹酸、氟甲喹）药物残留量的测定。



磺胺嘧啶的结构式



恩诺沙星的结构式



磺胺嘧啶的结构式



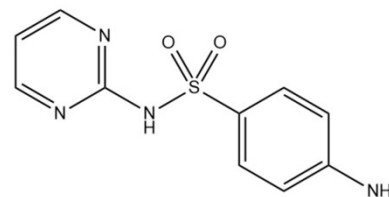
测定步骤——GB 31658.17-2021

➤ 提取

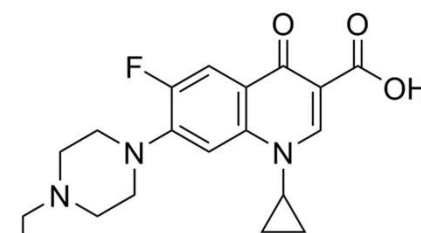
称取试料1 g（准确至 ± 0.01 g），加McIlvaine- Na_2EDTA 缓冲液8 mL，涡旋1 min，超声20 min， -2°C 10 000 r/min离心5 min，收集上清液。残渣中加磷酸盐缓冲液8 mL，重复提取一次，合并两次提取液，混匀，备用。

➤ 净化

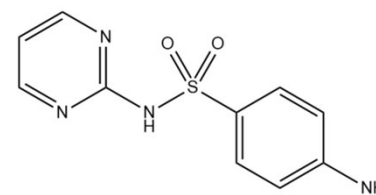
HLB固相萃取柱依次用甲醇5 mL和水5 mL活化，取备用液过柱，依次用水5 mL和20%甲醇水溶液5 mL淋洗，抽干，用洗脱液10 mL洗脱。收集洗脱液， 45°C 水浴氮气吹干。加入复溶液1.0 mL，涡旋1 min溶解残余物，14000 r/min离心5 min，微孔滤膜过滤，液相色谱-串联质谱测定。



磺胺嘧啶的结构式



恩诺沙星的结构式



磺胺嘧啶的结构式



仪器分析条件——GB 31658.17-2021

➤ 4.1 液相色谱条件

a) 色谱柱：C18柱。

b) 流动相：A：0.1%甲酸水溶液；B：甲醇:乙腈（2:8，含0.1%甲酸，v/v）溶液，
梯度列表见表1。

c) 流速：0.3mL/min。

d) 柱温：35℃。

e) 进样体积：10μL。

表1 参考梯度条件

时间 (min)	A%	B%
0	95	5
2.0	85	15
5.0	60	40
7.0	5	95
7.1	95	5
9.0	95	5



仪器分析条件——GB 31658.17-2021

➤ 4.2质谱条件

a)离子化模式：电喷雾离子源正离子模式（ESI+）。

b)质谱扫描方式：多反应离子监测（MRM）。

c)毛细管电压：4.2 kV。

d)源温度：100℃。

e)脱溶剂气温度：550℃。

f)脱溶剂气流量：600L/h。

g)电子倍增电压：650V。

h)碰撞室压力：0.28Pa。

i)质谱参数见附录表2。

表2 质谱参数

定性离子对、定量离子和碰撞能量

化合物名称	定性离子对及碰撞能量, eV	定量离子对及碰撞能量, eV
四环素	445.1 > 410.2 (19) 445.1 > 427.2 (13)	445.1 > 410.2 (25)
金霉素	479.1 > 444.2 (23) 479.1 > 462.2 (19)	479.1 > 444.2 (27)
土霉素	461.1 > 426.2 (20) 461.1 > 443.2 (13)	461.1 > 426.2 (23)



仪器分析条件——GB 31658.17-2021

表2 质谱参数

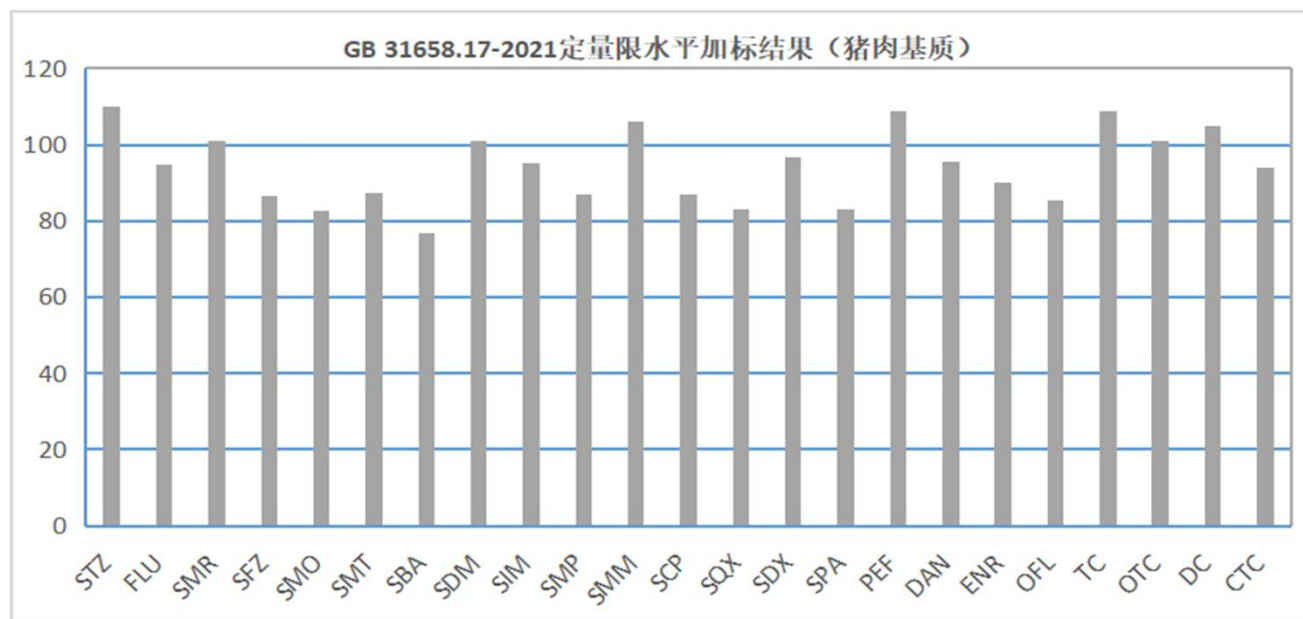
多西环素	445.1 > 410.2 (24) 445.1 > 428.2 (19)	445.1 > 428.2 (26)
乙酸磺胺	215.0 > 108.0 (18) 215.0 > 156.0 (11)	215.0 > 156.0 (17)
磺胺吡啶	250.0 > 108.0 (25) 250.0 > 156.0 (16)	250.0 > 156.0 (27)
磺胺嘧啶	251.0 > 92.0 (27) 251.0 > 156.0 (15)	251.0 > 156.0 (23)
磺胺甲噁唑	254.0 > 92.0 (26) 254.0 > 156.0 (16)	254.0 > 92.0 (27)
磺胺噻唑	256.0 > 92.0 (25) 256.0 > 156.0 (15)	256.0 > 156.0 (26)
磺胺甲噁唑	265.0 > 92.0 (28) 265.0 > 156.0 (15)	265.0 > 156.0 (24)
磺胺二甲异噁唑	268.0 > 92.0 (28) 268.0 > 156.0 (16)	268.0 > 156.0 (22)
磺胺甲噻二唑	271.0 > 92.0 (30) 271.0 > 156.0 (15)	271.0 > 92.0 (19)
苯甲酰磺胺	277.0 > 108.0 (22) 277.0 > 156.0 (10)	277.0 > 156.0 (14)
磺胺二甲异噁唑	279.0 > 124.0 (21) 279.0 > 186.0 (17)	279.0 > 124.0 (30)
磺胺二甲噻唑	279.0 > 92.0 (28) 279.0 > 186.0 (16)	279.0 > 186.0 (30)
磺胺间甲氧嘧啶	281.0 > 92.0 (31) 281.0 > 156.0 (22)	281.0 > 156.0 (28)
磺胺甲氧哒嗪	281.0 > 92.0 (30) 281.0 > 156.0 (17)	281.0 > 156.0 (26)
磺胺对甲氧嘧啶	281.0 > 92.0 (29) 281.0 > 156.0 (17)	281.0 > 156.0 (25)
磺胺氯哒嗪	285.0 > 92.0 (28) 285.0 > 156.0 (15)	285.0 > 156.0 (22)
磺胺邻二甲氧嘧啶	311.0 > 92.0 (32) 311.0 > 156.0 (17)	311.0 > 156.0 (28)
磺胺间二甲氧嘧啶	311.0 > 92.0 (32) 311.0 > 156.0 (21)	311.0 > 156.0 (28)
磺胺苯吡唑	315.0 > 92.0 (42) 315.0 > 158.0 (28)	315.0 > 158.0 (32)
酞磺胺噻唑	404.0 > 149.0 (32) 404.0 > 256.0 (15)	404.0 > 256.0 (27)
喹啉酸	262.0 > 216.0 (28) 262.0 > 244.0 (18)	262.0 > 244.0 (24)

氟甲唑	262.0 > 202.0 (32) 262.0 > 244.0 (18)	262.0 > 244.0 (26)
诺氟沙星	320.1 > 233.0 (25) 320.1 > 302.0 (19)	320.1 > 302.0 (33)
依诺沙星	321.1 > 234.0 (22) 321.1 > 303.0 (20)	321.1 > 303.0 (32)
环丙沙星	332.1 > 231.1 (38) 332.1 > 314.1 (22)	332.1 > 231.1 (31)
培氟沙星	334.1 > 290.1 (18) 334.1 > 316.1 (20)	334.1 > 316.1 (34)
洛美沙星	352.1 > 265.1 (22) 352.1 > 308.1 (16)	352.1 > 265.1 (31)
达氟沙星	358.2 > 96.0 (25) 358.2 > 340.2 (23)	358.2 > 340.2 (34)
恩诺沙星	360.2 > 245.0 (26) 360.2 > 316.1 (20)	360.2 > 316.1 (34)
氧氟沙星	362.1 > 261.1 (26) 362.1 > 318.1 (20)	362.1 > 318.1 (30)
麻保沙星	363.1 > 72.0 (21) 363.1 > 320.0 (15)	363.1 > 320.0 (24)
沙拉沙星	386.2 > 299.1 (27) 386.2 > 342.1 (20)	386.2 > 299.1 (33)
二氟沙星	400.2 > 299.0 (30) 400.2 > 356.1 (19)	400.2 > 356.1 (37)



试验结果——GB 31658.17-2021

- 以此溶剂为试验提取溶剂，得到猪肉和鸡肉基质中部分化合物的回收率，如下图所示；





试验结果——GB 31658.17-2021

- 以此溶剂为试验提取溶剂，得到猪肉和鸡肉基质中部分化合物的回收率，如下图所示；





立玖生物科技
LIJIU BIOTECHNOLOGY

联系我们——**GB 31658.17-2021**

如您有其他问题，请联系业务人员吴财宝。

联系方式：15900911517

邮箱：646013923@qq.com

