

DOI:10.3969/j.issn.2095-1833.2024.02.002

超高效液相色谱-串联质谱法测定水体中磺胺类药物残留量方法验证

余海芬*, 徐桦, 陶军, 吴真善, 包蔚, 朱晓芸

(上海市嘉定区农业技术推广服务中心, 上海 201800)

摘要:标准方法验证是检验检测实验室质量管理过程中的重要一环,是保障检验检测数据准确性的基础。本研究建立了超高效液相色谱三重四级杆质谱联用仪测定水体中磺胺类药物残留量的方法,从标准曲线、线性范围、定量限、精密度及方法回收率5方面进行方法验证,并对本方法的实验关键点进行了分析优化。结果表明:17种磺胺类药物在5.0~50.0 ng/mL浓度范围内线性良好,校准曲线相关系数 r^2 值均大于0.997,该方法的检出限为0.038 ng/mL,3个加标水平的平均回收率在74.6%~105.6%之间,相对标准偏差0.89%~12.89%。应用该方法测定了上海市嘉定区内河流和养殖场池塘水样中的磺胺类药物的残留量,该方法的建立可为监控河流和水产养殖用水中磺胺类药物的残留情况提供技术依据。[中国渔业质量与标准,2024,14(2):07-13]

关键词:水体;磺胺类抗生素;超高效液相色谱-串联质谱;残留检测

中图分类号: O657.63; X52

文献标志码: A

文章编号: 2095-1833(2024)02-0007-07

近年来,抗生素在环境中的残留、生态风险,尤其对人体健康的潜在威胁引起广泛关注。水产养殖环境抗生素被认为是自然水体抗生素主要来源之一^[1-2]。金磊等^[3]对华东地区某水源中13种磺胺类抗生素含量进行了测定,结果表明13种磺胺类抗生素在水源水中均有不同程度检出。在水环境中,即使抗生素的浓度水平处于ng/L或 $\mu\text{g/L}$ 级别,也可能直接对水生生物产生毒性,可以引起浮游植物中毒,抑制微生物之间的交流,改变微生物群落结构等^[4]。环境中抗生素污染会诱导产生抗生素耐药病原菌(ARB)和抗生素抗性基因(ARGs),其通过食物链和食物网对人体健康和生态环境构成潜在威胁^[5]。水体环境中大量残留的抗生素,对水生生态系统和人类健康产生重要影响并构成潜在风险^[6-7]。

磺胺类药物是一类人工合成类抗生素,因其抗菌谱广、使用方便、价格低廉,在畜牧水产养殖业中被广泛使用^[8-9]。2017—2019年水产饲料中主要风险物质检出物为喹诺酮类、氯霉素类、磺胺类、四环素类和硝基呋喃类^[10]。2021—2022年对长江经济带上游至下游5个城市的33个表层水体和50个鱼体样品中目标抗生素的分布特征进行分析,结果表明表层水体中以磺胺类、四环素类和氯霉素类抗生素为主,其中磺胺甲

基嘧啶的检出频率达到57.58%^[11]。水产养殖中,无论将药物混合在饲料中,还是直接抛洒在池塘里,都会导致水产品中抗生素残留超标,同时污染周围河流、湖泊等自然水源^[12]。目前,针对水产品中的磺胺类药物测定的标准和方法报道较多^[13-19],但对水体中磺胺的测定研究较少^[20-21]。通过水体中抗生素含量的监测,可以了解抗生素的使用情况和残留情况。本研究在SC/T 9436—2020《水产养殖环境(水体、底泥)中磺胺类药物的测定 液相色谱串联质谱法》^[22]的基础上,优化建立了超高效液相色谱-串联质谱法测定水体中磺胺类药物残留量的方法,并按照GB/T 27417—2017《化学分析方法确认和验证指南》^[23]进行了方法验证。

1 材料与方 法

1.1 材料与试剂

样品来源:本研究于2022年7月和2023年2月采集上海市嘉定区5个河道水样10份,于2023年5月采集上海市嘉定区10个养殖场池塘水样10份,共计采集样品20份。

SCIEX ExionLCTM系统和SCIEX 6500三重四级杆质谱系统,美国SCIEX公司;Milli-Q超纯水仪,美

收稿日期:2023-11-08;接收日期:2024-01-12

资助项目:上海市嘉定区自然科学研究课题(JDKW-2021-0010)

作者信息:余海芬(1985-),女,硕士,农艺师,研究方向为水产品质量安全检测,E-mail:33964656@qq.com

国 Millipore 公司;固相萃取装置,美国 Supelco 公司;HLB 固相萃取柱(500 mg/6 mL),上海安谱实验科技股份有限公司。

磺胺脒(Sulfaguanidine, SG)、磺胺嘧啶(Sulfadiazine, SDZ);磺胺吡啶(Sulfapyridine, SPD);磺胺甲噁唑(Sulfamethoxazole, SMX);磺胺噻唑(Sulfathiazole, SAT);磺胺甲基嘧啶(Sulfamerazine, SMR);磺胺异恶唑(Sulfisoxazole, SIZ);磺胺甲噻二唑(Sulfamethizol, SMT);磺胺二甲基嘧啶(Sulfamethazine, SDD);磺胺索嘧啶(Sulfisomidin, SIM);磺胺间甲氧嘧啶(Sulfamonomethoxine, SMM);磺胺甲氧哒嗪(Sulfamethoxyypyridazine, SMP);磺胺对甲氧嘧啶(Sulfameter, SMD);磺胺氯哒嗪(Sulfachloropyridazine, SPDZ);磺胺喹噁啉(Sulfachinoxalin, SQX);磺胺地索辛(Sulfadimethoxine, SDM);磺胺多辛(Sulfadoxine, SDX);氘代磺胺邻二甲氧嘧啶-D₃;均购自上海安谱实验科技股份有限公司。甲醇(色谱纯),CNW 公司;甲酸(色谱纯),MACKLIN 公司;实验用纯水取自 Milli-Q 超纯水仪。

1.2 标准溶液的配制

将 17 种磺胺类药物标准物质用甲醇配制成浓度为 1 μg/mL 的混合标准工作液,将氘代磺胺邻二甲氧嘧啶-D₃ 内标物用甲醇配置成 1 μg/mL 内标工作液,于 4 °C 下避光保存。分别吸取适量 1 μg/mL 的磺胺混合标准工作液,用初始流动相进行稀释,配制浓度为 5、10、30、40 及 50 ng/mL 的校正曲线工作液,其中氘代磺胺邻二甲氧嘧啶-D₃ 浓度为 5 ng/mL。

1.3 样品前处理

取水样通过抽滤装置过 0.45 μm 水相滤膜去除大颗粒杂质,准确量取 200 mL(精确至 0.1 mL)过滤后的水样于 250 mL 广口玻璃瓶中,准确加入 125 μL 氘代磺胺邻二甲氧嘧啶-D₃ 内标工作液,混合均匀,待净化。

用 5 mL 甲醇和 5 mL 水依次活化和平衡 HLB 固相萃取柱,水体样品以 5 mL/min 流速过柱,1 mL 水淋洗,用 5 mL 0.1% 甲酸-甲醇溶液洗脱,洗脱液最终定容至 5 mL。取 200 μL 洗脱液加 800 μL 初始流动相稀释 5 倍,混匀后过 0.22 μm 微孔滤膜后待上机分析。

1.4 仪器条件

1.4.1 色谱条件

色谱柱为 Waters ACQUITY C₁₈ 色谱柱(1.7 μm, 50 mm × 2.1 mm);柱温:30 °C;进样量:5 μL;流速:0.4 mL/min。流动相组成:A 为 0.1% 甲酸-水溶液,B 为

0.1% 甲酸-甲醇溶液,流动相梯度洗脱程序见表 1。

表 1 流动相梯度洗脱程序

Tab. 1 Elution programs of mobile phase

时间/min Time	A/%	B/%
初始	95	5
0.50	95	5
1.75	90	10
6.50	55	45
8.50	30	70
9.00	30	70
9.25	95	5
11.00	95	5

1.4.2 质谱条件

扫描模式:多反应监测 MRM;离子源:ESI 源;喷雾电压(IS):5 500 V;离子源温度(TEM):550 °C;气帘气(CUR):35 psi;碰撞气(CAD):9 psi;雾化器(GS1):55 psi;辅助雾化器(GS2):55 psi。待测磺胺类药物的具体离子参数见表 2。

表 2 磺胺类药物及其同位素内标质谱参数

Tab. 2 Mass spectrum parameters of sulfonamide drugs and their internal standard substances

化合物名称 Compound	母离子/ (m · z ⁻¹) Q1	子离子/ (m · z ⁻¹) Q3	去簇 电压/V DP	碰撞 能量/eV CE
磺胺脒	215.01	156 [*] /108	52	17/29
磺胺嘧啶	251.10	156 [*] /92	40	22/38
磺胺吡啶	250.10	156 [*] /108	40	23/32
磺胺甲噁唑	254.10	156 [*] /92	63	22/39
磺胺噻唑	256.10	156 [*] /92	40	22/37
磺胺甲基嘧啶	265.20	156 [*] /92	82	25/43
磺胺异恶唑	268.10	156 [*] /113	82	22/25
磺胺甲噻二唑	271.00	156 [*] /92	65	21/40
磺胺二甲基嘧啶	279.11	186 [*] /156	60	23/27
磺胺索嘧啶	279.10	124 [*] /186	80	30/23
磺胺间甲氧嘧啶	281.10	156 [*] /92	75	25/46
磺胺甲氧哒嗪	281.00	156 [*] /108	75	25/36
磺胺对甲氧嘧啶	281.10	156 [*] /92	70	25/46
磺胺氯哒嗪	285.10	156 [*] /92	65	22/41
磺胺喹噁啉	301.10	156 [*] /108	80	24/36
磺胺地索辛	311.10	156 [*] /108	70	28/38
磺胺多辛	311.11	156 [*] /92	70	30/44
氘代磺胺邻二甲氧嘧啶-D ₃	314.05	92	58	44

注:“*”为定量离子

2 结果与分析

2.1 实验关键点优化分析

2.1.1 净化小柱的选择

检测标准 SC/T 9436—2020《水产养殖环境(水体、底泥)中磺胺类药物的测定 液相色谱-串联质谱

法》中规定的固相萃取柱为亲水亲脂平衡反相固相萃取柱,或其他等效色谱柱。本研究选用了 CNW Poly-Sery HLB 固相萃取小柱和 Waters Oasis HLB 固相萃取小柱进行比较,规格均为 500 mg/6 mL,结果显示,CNW Poly-Sery HLB 小柱对磺胺类化合物的吸附更少,回收率更高(图 1)。

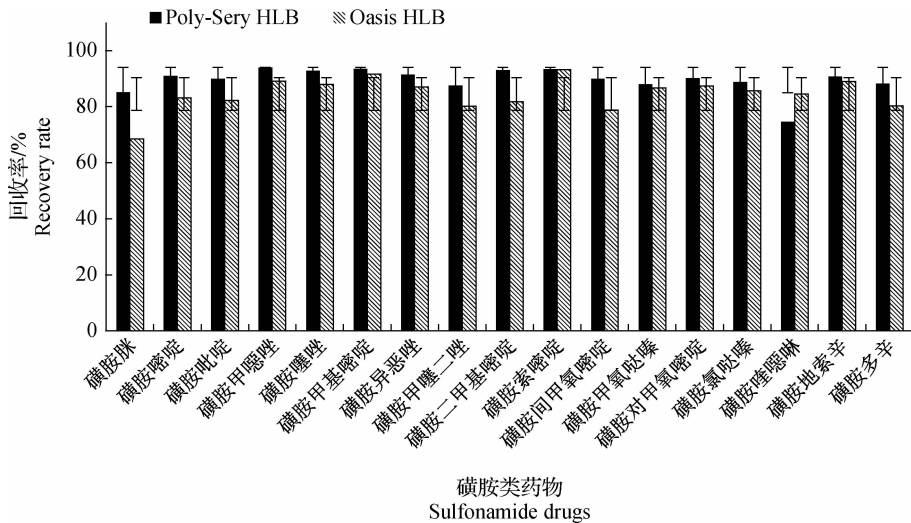


图 1 不同净化小柱对磺胺类药物回收率的影响

Fig.1 Effect of different purification columns on the recovery rate of sulfonamide drugs

2.1.2 流动相选择

实验中选用 0.1% 甲酸-水溶液替代标准中的乙酸-水溶液($v/v = 1:81$)作为流动相,17 种磺胺类药物的保留时间略有增加,各化合物保留时间从 0.50 ~ 6.13 min 变为 0.54 ~ 6.33 min,回收率等均未受到明显影响。考虑到在一定程度上减少了酸的使用量,效果相当,同时与洗脱液组成一致,故本实验选用 0.1% 甲酸-水溶液作为流动相。

2.2 标准曲线绘制

将配制好的 17 种磺胺类药物的校正曲线工作液进行上机测定,使用内标法定量,以色谱峰的峰面积为纵坐标,以浓度比为横坐标,绘制标准曲线,各标准物质的线性方程见表 3,标准溶液的磺胺类药物 MRM 色谱图见图 2。所有目标化合物在 5.0 ~ 50.0 ng/mL 范围内线性关系良好, r^2 值均大于 0.997。

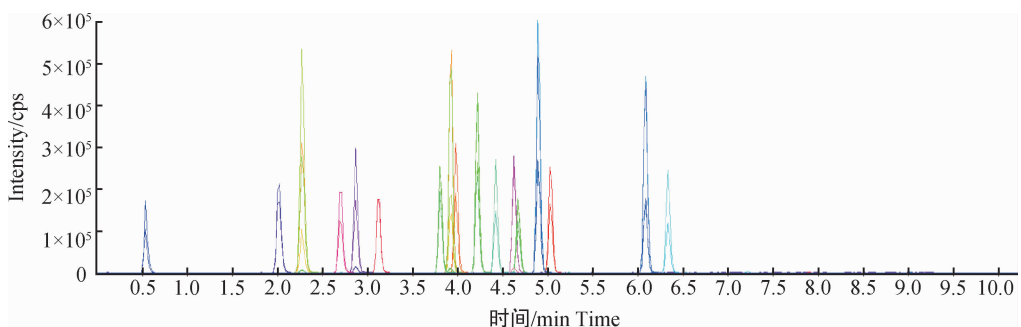


图 2 17 种磺胺类药物混合标准溶液的 MRM 色谱图(10 ng/mL)

Fig.2 MRM chromatograms of 17 mixed standard solutions of sulfonamide drugs(10 ng/mL)

表 3 水体中 17 种磺胺类药物标准曲线回归方程和相关系数

Tab. 3 Regression equations and correlation coefficients of 17 sulfonamide drugs in water

化合物名称 Compound	保留时间/min Retention time	回归方程 Linear equation	r^2
磺胺脒	0.54	$y = 0.165\ 73x - 0.012\ 76$	0.999\ 81
磺胺嘧啶	2.01	$y = 0.308\ 82x - 0.026\ 91$	0.998\ 46
磺胺吡啶	2.86	$y = 0.323\ 91x - 0.029\ 51$	0.999\ 89
磺胺甲噁唑	4.62	$y = 0.293\ 50x + 0.050\ 08$	0.998\ 70
磺胺噻唑	2.69	$y = 0.271\ 02x - 0.003\ 82$	0.998\ 76
磺胺甲基嘧啶	3.11	$y = 0.219\ 01x - 0.012\ 83$	0.999\ 60
磺胺异恶唑	5.02	$y = 0.299\ 23x + 0.002\ 04$	0.999\ 47
磺胺甲噻二唑	3.98	$y = 0.328\ 57x + 3.662\ 81 \times 10^{-4}$	0.998\ 93
磺胺二甲基嘧啶	3.92	$y = 0.585\ 51x - 0.024\ 86$	0.999\ 84
磺胺索嘧啶	2.26	$y = 0.620\ 98x + 0.004\ 98$	0.997\ 37
磺胺间甲氧嘧啶	4.67	$y = 0.190\ 08x - 0.015\ 24$	0.999\ 39
磺胺甲氧哒嗪	4.21	$y = 0.435\ 01x + 0.003\ 96$	0.997\ 99
磺胺对甲氧嘧啶	3.80	$y = 0.252\ 41x + 0.032\ 42$	0.998\ 48
磺胺氯哒嗪	4.41	$y = 0.274\ 78x + 0.010\ 50$	0.997\ 82
磺胺喹噁啉	6.33	$y = 0.290\ 38x + 0.019\ 02$	0.998\ 67
磺胺地索辛	6.08	$y = 0.530\ 26x + 0.036\ 60$	0.999\ 21
磺胺多辛	4.89	$y = 0.513\ 34x + 0.142\ 67$	0.998\ 16

2.3 灵敏度分析

按照定性离子对色谱峰信噪比大于 3 ($S/N > 3$)、定量离子对色谱峰信噪比大于 10 ($S/N > 10$) 的原则,仪器的检测限为 0.3 ng/mL,定量限为 1.0 ng/mL,由于目标分析物是从 200 mL 水中浓缩富集提取,最终定容至 5.0 mL,并稀释 5 倍后上机测定,因此检测方法的检出限为 0.038 ng/mL,定量限为 0.125 ng/mL。在水样中加入适量磺胺类药物混合标准溶液,使其在样品中的浓度为 0.125 ng/mL,重复 10 次,经检测发现,待测物浓度为定量限浓度时,17 种磺胺类药物的定量离子对色谱峰信噪比均大于 10,满足 SC/T 9436—2020《水产养殖环境(水体、底泥)中磺胺类药物的测定 液相色谱-串联质谱法》中规定的定量限为 0.65 ng/mL 的要求。

2.4 回收率、精密度实验

量取空白水体样品,加入适量 17 种磺胺类药物混合标准工作液(1 $\mu\text{g/mL}$),使水样的磺胺类药物添加浓度分别为 1.0、2.0 及 5.0 ng/mL,待充分混匀后,按照样品前处理程序进行操作,平行测定 6 份,计算

其回收率,结果见表 4。

从表 4 可知,3 种添加浓度水平下,17 种磺胺类药物的回收率在 74.6% ~ 105.6% 之间,相对标准偏差为 0.89% ~ 12.89% ($n = 6$)。

2.5 实际样品分析

采用本方法测定了上海市嘉定区内 10 个河流水样和 10 个养殖场池塘水样中的磺胺类药物残留量,其中:2 条河流水样中检出磺胺类药物,分别为磺胺地索辛 49.9 ng/L 和磺胺间甲氧嘧啶 256.4 ng/L;在 1 个养殖场池塘水样中检出磺胺甲噁唑 63.4 ng/L,检测结果见表 5。由此可见,环境水体中磺胺类抗生素污染问题广泛存在,其潜在的综合风险和长期风险值得关注。

3 结论

本研究建立了超高效液相色谱三重四级杆质谱联用仪测定水体中 17 种磺胺类药物残留量的方法,过滤后的水样通过 HLB 固相萃取柱净化后,使用 C_{18}

色谱柱,用0.1%甲酸-水溶液和0.1%甲酸-甲醇溶液作为流动相梯度洗脱分离,采用正离子模式采集,多反应监测模式(MRM)分析,同位素内标法定量。结果表明:17种磺胺类药物在5.0~50.0 ng/mL浓度范围内线性良好,校准曲线相关系数 r^2 值均大

于0.997,该方法的检出限为0.038 ng/mL。3个加标水平的回收率在74.6%~105.6%之间,相对标准偏差0.89%~12.89% ($n=6$)。该方法简便、快速、准确、灵敏,可为监控河流和水产养殖用水中磺胺类药物的残留情况提供技术依据。

表4 3种添加水平下17种磺胺类药物的添加回收率

Tab.4 Recovery rates of 17 sulfonamide drugs at 3 levels of addition

 $n=6$

磺胺药物名称 Sulfonamide drug name	添加浓度水平 Addition level								
	1.0 ng/mL			2.0 ng/mL			5.0 ng/mL		
	回收率/%	Recoveries	RSD	回收率/%	Recoveries	RSD	回收率/%	Recoveries	RSD
磺胺脒	93.8		6.56	85.2		3.76	94.7		3.76
磺胺嘧啶	99.8		10.81	91.0		4.16	90.5		3.01
磺胺吡啶	93.2		12.24	89.9		1.91	88.5		2.78
磺胺甲噁唑	93.6		8.30	94.0		4.29	91.4		2.41
磺胺噻唑	99.6		7.50	92.8		4.22	90.5		3.73
磺胺甲基嘧啶	99.7		10.99	93.5		1.67	89.4		3.18
磺胺异恶唑	98.2		6.38	91.4		4.12	88.5		2.35
磺胺甲噻二唑	101.0		11.02	87.5		2.35	89.1		3.32
磺胺二甲基嘧啶	91.9		10.79	93.1		3.43	91.9		0.89
磺胺索嘧啶	102.6		12.89	93.4		2.85	89.6		2.95
磺胺间甲氧嘧啶	103.4		9.95	89.9		1.64	89.1		4.40
磺胺甲氧哒嗪	89.0		10.16	88.0		2.73	86.0		1.07
磺胺对甲氧嘧啶	96.0		11.65	90.2		3.69	86.6		2.67
磺胺氯哒嗪	104.5		10.89	88.8		1.37	87.1		0.96
磺胺喹噁啉	89.8		8.86	74.6		2.13	95.2		3.24
磺胺地索辛	105.6		6.27	90.8		1.83	89.7		1.92
磺胺多辛	92.1		5.72	88.2		2.55	85.3		1.83

表5 水体中磺胺类药物检出情况

Tab.5 Detection of sulfonamide drugs in water bodies

样品来源 Sample source	检出项目 Detect items	测定值/(ng·L ⁻¹) Detection value
河流水样1	磺胺地索辛	49.9
河流水样2	磺胺间甲氧嘧啶	256.4
池塘水样	磺胺甲噁唑	63.4

参考文献:

- [1] Du J, Zhao H, Liu S, et al. Antibiotics in the coastal water of the South Yellow Sea in China: Occurrence, distribution and ecological risks [J]. Science of the Total Environment, 2017, 595:521-527.
- [2] Zhang R, Pei J, Zhang R, et al. Occurrence and distribution of antibiotics in mariculture farms, estuaries and the coast of the Beibu Gulf, China: Bioconcentration and diet safety of seafood [J]. Ecotoxicology and Environmental Safety, 2018, 154:27-35.
- [3] 金磊,姜蕾,韩琪,等. 华东地区某水源水中13种磺胺类抗生素的分布特征及人体健康风险评价[J]. 环境科学, 2016(37):2415-2521.
- [4] Chen H, Liu S, Xu X R, et al. Antibiotics in the coastal environment of the Hailing Bay region, South China Sea;

- spatial distribution, source analysis and ecological risks [J]. *Marine Pollution Bulletin*, 2015, 95 (1): 365–373.
- [5] Wang Z, Han M, Li E, et al. Distribution of antibiotic resistance genes in an agriculturally disturbed lake in China: their links with microbial communities, antibiotics, and water quality [J]. *Journal of Hazardous Materials*, 2020, 393: 122426.
- [6] 赵富强, 高会, 张克玉, 等. 中国典型河流域抗生素的赋存状况及风险评估研究 [J]. *环境污染与防治*, 2021 (43): 94–102.
- [7] 李十盛, 高会, 赵富强, 等. 水产养殖环境中抗生素抗性基因的研究进展 [J]. *中国环境科学*, 2021 (41): 5314–5325.
- [8] 何世超, Jeyakkumar P, Rao A S, 等. 磺胺类药物化学研究新进展 [J]. *中国科学 (化学)*, 2016, 46 (9): 823–847.
- [9] 巢磊. 磺胺类药物在水产养殖中的应用 [J]. *水利渔业*, 2002, 22 (3): 50–51.
- [10] 任源远, 韩刚, 曾昊, 等. 我国水产养殖用兽药及其他投入品安全隐患排查概况及思考 [J]. *中国渔业质量与标准*, 2020, 10 (5): 7–11.
- [11] 陈昱如, 段艳平, 张智博, 等. 长江经济带典型城市表层水体和鱼体中抗生素的分布特征及健康风险 [J/OL]. *中国环境科学*, 1–24 [2023–11–08]. <https://doi.org/10.19674/j.cnki.issn1000-6923.20230221.013>.
- [12] 林靖钧, 李瑞雪, 林华, 等. 我国水产养殖水体中抗生素的污染特征 [J]. *净水技术*, 2022, 41 (3): 12–19.
- [13] 中华人民共和国农业农村部. 水产品中 17 种磺胺类及 15 种喹诺酮类药物残留量的测定 液相色谱-串联质谱法: 农业部 1077 号公告—1—2008 [S]. 北京: 中国农业出版社, 2008.
- [14] 中华人民共和国农业农村部. 水产品中磺胺类药物残留量的测定 液相色谱法: 农业部 958 号公告—12—2007 [S]. 北京: 中国农业出版社, 2007.
- [15] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局, 中国国家标准化管理委员会. 动物源性食品中磺胺类药物残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法: GB/T 21316—2007 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2007.
- [16] 余丽梅, 宋超, 张聪, 等. 养殖水产品中磺胺类药物的检测方法及其残留分析研究进展 [J]. *江苏农业科学*, 2018, 46 (9): 16–22.
- [17] 范珺. 高效液相色谱-串联质谱法测定水产品中的磺胺类药物残留 [J]. *畜牧业环境*, 2021 (4): 32–33.
- [18] 刘成文, 曾懿, 孙丽萍. 超高效液相色谱-串联质谱法同时测定水产品中硝基咪唑类代谢物、三苯甲烷类、磺胺类、喹诺酮类和酰胺醇类药物残留 [J]. *农产品质量与安全*, 2023 (4): 74–80, 93.
- [19] 孙伟红, 刘欢, 邢丽红, 等. 水产品兽药残留检测技术标准解析及能力验证工作探讨 [J]. *中国渔业质量与标准*, 2017, 7 (2): 11–18.
- [20] 陈玉婷, 李桂滢, 宋成, 等. 液相色谱串联质谱法优化水产养殖底泥中磺胺类抗生素的提取 [J]. *当代化工研究*, 2023 (15): 35–37.
- [21] 董恒涛, 艾芸, 李月琪, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定水产养殖水体中 21 种磺胺类抗生素残留量 [J]. *环境化学*, 2023, 42 (2): 671–674.
- [22] 中华人民共和国农业农村部. 水产养殖环境 (水体、底泥) 中磺胺类药物的测定: SC/T 9436—2020 [S]. 北京: 中国农业出版社, 2021.
- [23] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局, 中国国家标准化管理委员会. 合格评定 化学分析方法确认和验证指南: GB/T 27417—2017 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2018.

Determination of Sulfonamides Residues in water by ultra performance liquid chromatography – tandem mass spectrometry

YU Haifen*, XU Hua, TAO Jun, WU Zhenshan, BAO Wei, ZHU Xiaoyun

(Jiading District of Shanghai Agricultural Technology Extension Service Center, Shanghai 201800, China)

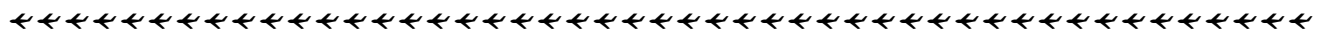
Abstract: Standard method validation is an important part of the quality management process in inspection and testing laboratories, and is the foundation for ensuring the accuracy of inspection and testing data. In this study, a method for determination of sulfonamides residues in water by UPLC – MS/MS was established. Verify the method from standard curve, linear range, quantification limit, precision, and method recovery rate. And the key experimental points of this method were analyzed and optimized. 17 kinds of sulfonamides had good linearity within the concentration range of 5.0 ~ 50.0 ng/mL. The correlation coefficient of calibration curve was more than 0.997. The detection limit of this method was 0.038 ng/mL. The average recovery rates of three spiked levels ranged from 74.6% to 105.6%, and the

relative standard deviations were 0.89% ~ 12.89%. This method was applied to detect the residues of sulfonamide drugs in water samples and aquaculture pond water samples in Jiading District, Shanghai. The establishment of this method can provide technical basis for monitoring the residues of sulfonamide drugs in rivers and aquaculture water. [Chinese Fishery Quality and Standards, 2024, 14(2): 07-13]

Key words: water; sulfonamides; ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry; residual detection

Corresponding author: YU Haifen, E-mail: 33964656@qq.com

(责任编辑:杨臻)



《水产学杂志》征订启事

《水产学杂志》是中国水产科学研究院黑龙江水产研究所主办的综合性的水产学期刊,双月刊,国内外公开发行。

价格:《水产学杂志》每本订价 12 元,全年 72 元/份。

汇款方式:

1. 邮局汇款

地址:哈尔滨市道里区河松街 232 号。

单位及收款人:黑龙江水产研究所《水产学杂志》编辑部,邮编:150070

2. 银行汇款

开户银行:中国农业银行哈尔滨市汇金支行

帐号:08-068201040020169

户名:中国水产科学研究院黑龙江水产研究所

注:从银行汇款的订户请务必在汇款单的正确位置上注明单位或电话号码,并汇款后及时与水产学杂志联系。

E-mail: zazhi2000@126.com

电 话:0451-84861626

传 真:0451-84604803

网 址:www.scxzz.net