

固相萃取-高效液相色谱-串联质谱法同时测定 土壤中氟喹诺酮、四环素和磺胺类抗生素

马丽丽 郭昌胜 胡伟 沙健 朱兴旺 阮悦斐 王玉秋*

(南开大学环境科学与工程学院环境污染控制过程与基准教育部重点实验室, 天津 300071)

摘 要 建立了固相萃取-高效液相色谱-串联质谱法同时检测土壤中氟喹诺酮类、四环素类和磺胺类 18 种抗生素的分析方法。土样经含 50% 乙腈的磷酸盐缓冲液 (pH = 3) 提取后, 以 SAX-HLB 串联小柱净化富集, 在 HPLC/MS/MS 多反应监测模式下进行定性及定量分析。添加浓度为 200 和 50 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 时, 土壤中氟喹诺酮类、四环素类、磺胺类的加标回收率分别为 67.2% ~ 89.0%, 62.2% ~ 85.4% 和 55.8% ~ 97.4%; 其相对标准偏差为 1.1% ~ 17.2%。以 3 倍信噪比估算出氟喹诺酮类、四环素类、磺胺类的检出限分别为 3.4 ~ 8.9 $\mu\text{g}/\text{kg}$, 0.56 ~ 0.91 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 和 0.07 ~ 1.85 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。应用此方法检测 6 种不同类型土壤样品, 结果表明, 污灌区土壤中检出有抗生素, 浓度为 1.72 ~ 119.6 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

关键词 氟喹诺酮; 四环素; 磺胺; 固相萃取; 高效液相色谱串联质谱; 土壤

1 引言

抗生素广泛应用于人类及动物疾病的防治。据报道, 进入动物体内的抗生素有相当一部分随粪、尿等排泄物排出^[1], 而粪便、尿液又作为有机肥大量施用于农田, 造成抗生素在土壤中不断累积。部分进入污水处理厂的抗生素并不能完全被去除^[2-5], 它们又随着终水排放进入环境中。当受污染的水体用于灌溉时, 抗生素又分水相转移到土壤相。目前, 有关环境中抗生素的分析检测方法的报道较多^[6-8], 但同步提取、同时检测土壤基质中多类目标抗生素的高通量快速分析方法尚不完善^[9-12]。本实验通过优化前处理及检测条件, 建立了同步提取、同时测定土壤中氟喹诺酮、磺胺和四环素类 18 种抗生素药物的高压液相色谱-串联质谱分析方法, 在 30 min 内完成了 18 种抗生素的快速分离检测。

2 实验部分

2.1 仪器与试剂

Waters 2695 液相色谱仪、Quattro MicroTM Api 质谱联用仪器、Masslynx 4.0 工作站 (美国 Waters 公司); 十二孔固相萃取装置 (美国 Supelco 公司); 氮吹仪 (Organomation Associate); 强阴离子交换柱 (SAX) Sep-pak QMP (3 mL/500 mg, Waters 公司); Oasis HLB 固相萃取柱 (6 mL/500 mg, Waters 公司); HyperSep Retain PEP 固相萃取柱 (6 mL/500 mg, Thermo 公司); HyperSep C₁₈ 固相萃取柱 (6 mL/500 mg, Thermo 公司); ProElut C₁₈ 固相萃取柱 (6 mL/500 mg, Dikma 公司)。

甲醇和乙腈 (色谱纯, Dikma 公司); 超纯水 (电阻率 $\geq 18.2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$); 氧氟沙星 (Dr. Ehrenstorfer GmbH 公司); 诺氟沙星、环丙沙星、恩诺沙星、四环素、金霉素、土霉素、磺胺醋酰、磺胺氯噻唑、磺胺二甲氧嘧啶、磺胺甲氧嘧啶、磺胺二甲氧嘧啶、磺胺甲异噁唑、磺胺噻唑、磺胺甲噻二唑、磺胺甲氧噻唑、磺胺吡啶、磺胺二甲基异噁唑 (Sigma 公司)。其它试剂均为分析纯。

2.2 标准溶液及缓冲液的配制

称取适量四环素类与磺胺类标准品, 用甲醇配制成 1000 mg/L 的标准储备液, 称取适量氟喹诺酮类标准品, 用甲醇配制成 100 mg/L 的标准储备液, 保存在 -20 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱中。使用时, 以甲醇稀释至所需浓度。配制 EDTA-McIlvaine 缓冲液 (pH = 4) 及磷酸盐缓冲液 (pH = 3)。

2009-05-18 收稿; 2009-09-02 接受

本文系国家环境保护部全国饮用水源地基础环境调查及评估专项基金 (No. 2008AW01) 资助项目

* E-mail: yqwang@nankai.edu.cn

2.3 样品前处理

土样采自天津市饮用水源地周边林地 0~20 cm 的表层土壤(经检测未含目标物)。自然风干后,过 0.30 mm 孔径筛,称取 2 g 放入锥形瓶中,加入适量混合标准溶液后,于室温下暗处放置 24 h。

取 2 g 土样,加 0.4 g 乙二胺四乙酸二钠及 V(磷酸盐缓冲液):V(乙腈)=1:1 (pH=3) 的混合液 10 mL,振荡 20 min,超声提取 10 min,离心并收集上层提取液。反复提取 3 次后,合并提取液并稀释至 400 mL。SPE 固相萃取柱(SAX-HLB 串联)预先采用 6 mL 甲醇、6 mL 超纯水、6 mL 缓冲液依次淋洗活化。开启真空泵,控制流速约为 3~5 mL/min 将提取液上柱。过柱完成后,用 6 mL 超纯水冲洗串联柱,继续抽真空 10 min 以除去柱中残留水分,拆下 SAX 小柱,将 HLB 柱于 N₂ 保护下干燥 10 min。最后,以 6 mL 甲醇淋洗,收集洗脱液并在室温下用 N₂ 吹扫至近干,用甲醇定容至 1 mL,待测。

2.4 色谱-质谱条件

Kromasil C₁₈ 色谱柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm);流动相为乙腈(A)和 0.1% 甲酸溶液(B),柱温 25 °C,流速 0.4 mL/min;梯度洗脱程序:0~10 min,15%~30% A;10~16 min,30%~50% A;16~22 min,50%~55% A;22~29 min,55% A;29~30 min,55%~15% A;30~32 min,15% A。进样量 20 μL。

电喷雾离子源;正离子扫描;雾化气、脱溶剂气、锥孔气为氮气,碰撞气为氩气;源温度和脱溶剂气温度分别为 90 和 350 °C;脱溶剂流速和锥孔气流速分别为 500 和 70 L/h;毛细管电压为 4 kV。检测方式为 MRM 模式。锥孔电压、碰撞能及 18 种抗生素其它质谱条件见表 1。

3 结果与讨论

3.1 质谱条件的优化

质谱的锥孔电压、碰撞能对 18 种抗生素裂解有重要影响。采用流动注射分析法(FIA)对目标物单独进样,毛细管电压恒定 4 kV,调整锥孔电压,将 18 种抗生素标准溶液进行全扫描得到最大响应值的母离子,在 MS/MS 模式下,调整碰撞能找到该母离子对应的子离子,以 MRM 模式进行分析(表 1)。

表 1 多反应监测模式下 18 种抗生素的质谱分析参数
Table 1 MS parameters for 18 antibiotics analysis in MRM transition

化合物 Substances	保留时间 Retention time (min)	监测离子对 Monitoring ion pairs (m/z)	锥孔电压 Cone voltage (V)	碰撞能 Collision energy (eV)
诺氟沙星 Norfloxacin (NOR)	12.36	320/302	40	30
氧氟沙星 Ofloxacin (OFL)	12.48	362/318	30	22
环丙沙星 Ciprofloxacin (CIP)	12.80	332/314	30	20
恩诺沙星 Enrofloxacin (ENR)	14.07	360/342	35	22
土霉素 Oxytetracycline (OTC)	13.31	461/426	25	20
四环素 Tetracycline (TC)	14.70	445/410	32	19
金霉素 Chlortetracycline (CTC)	18.51	479/444	30	28
磺胺醋酰 Sulfacetamide (SAAM)	13.55	215/156	20	10
磺胺噻唑 Sulfathiazole (STZ)	14.15	256/156	35	20
磺胺吡啶 Sulfapyridine (SPD)	14.88	250/156	30	20
磺胺甲基嘧啶 Sulfamerazine (SMR)	16.15	265/156	35	21
磺胺二甲嘧啶 Sulfadimidin (SDMD)	17.54	279/186	28	20
磺胺甲噻二唑 Sulfamethizole (SMTZ)	17.78	271/156	28	15
磺胺甲氧吡嗪 Sulfamethoxy pyridazine (SMP)	17.90	281/156	28	18
磺胺氯吡嗪 Sulfachloropyridazine (SCP)	21.05	285/156	26	16
磺胺甲异噻唑 Sulfamethoxazole (SMX)	22.01	254/156	28	18
磺胺二甲异噻唑 Sulfisoxazole (SLA)	22.56	268/156	20	12
磺胺二甲氧嘧啶 Sulfadimethoxine (SDM)	22.98	311/156	30	22

3.2 固相萃取柱的选择与串联

土壤中大量天然有机质对 HPLC 检测影响很大。在反相萃取柱前,串联 SAX 柱去除酸性提取液中以阴离子形式存在的腐殖酸类有机质。本实验比较了 4 种反相萃取柱(ProElut C₁₈, HyperSep C₁₈, HyperSep PEP, Oasis HLB)对 18 种抗生素的提取效率。取 1 mg/L 混合标准溶液 400 μL,以 400 mL 超

纯水稀释,作为待测物。由图 1 可见,ProElut C₁₈柱能富集提取出氟喹诺酮类物质,但对磺胺类物质的回收率极低;HyperSep C₁₈对磺胺类物质的回收率高于 ProElut C₁₈,却不能富集提取出氟喹诺酮类物质。同是硅胶键合 C₁₈柱,不同生产商的柱子的回收率存在差异。HyperSep PEP 的吸附剂是一种苯乙烯二乙烯基聚合物,经过键合碳酰胺使它极性而非极性分析物均有保留,克服了传统的硅胶柱容易干柱的缺点。Oasis HLB 的吸附剂是由亲脂性二乙烯苯和亲水性 N-乙烯基吡咯烷酮两种单体按一定比例聚合而成的大孔共聚物,具有较高的吸附容量。与硅胶相比,Oasis 吸附剂的表面积增大 2~3 倍,容量因子提高。总体上,以聚合物为填料的柱子回收率高于硅胶键合 C₁₈柱。对于氟喹诺酮类和四环素类物质 Oasis HLB 回收率明显好于 HyperSep PEP 柱,同时提取三类抗生素时 Oasis HLB 的效果更好。

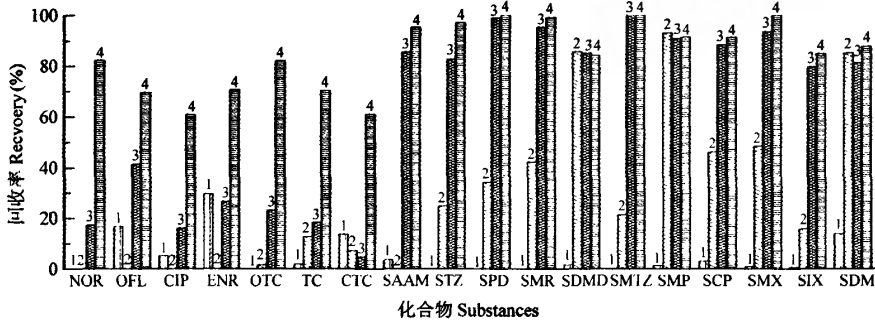


图 1 4 种固相萃取柱的提取效率
Fig.1 Extraction efficiency of 4 kinds of SPE columns on antibiotics
1. ProElut C₁₈; 2. HyperSep C₁₈; 3. HyperSep PEP; 4. Oasis HLB.

3.3 样品提取液的选择

综合考虑所检测的 18 种抗生素的 pK_a^[10],参考美国 EPA 推荐方法及相关文献[13~17],以 EDTA-McIlvaine (pH=4)、含 50% 甲醇的 EDTA-McIlvaine (pH=4)、加入 Na₂EDTA 的含 2% 甲酸-乙腈 (pH=2.5)、加入 Na₂EDTA 的含 50% 乙腈的磷酸缓冲液 (pH=3) 为提取液,提取 200 μg/kg 的加标土样,含甲醇、乙腈的提取液用超纯水稀释至 400 mL 后过柱。如图 2 所示,以 EDTA-McIlvaine (pH=4) 提取时,除土霉素外,各物质回收率都小于 50%。提取液中加入有机溶剂后提取效率明显改善,使用含 50% 甲醇的 EDTA-McIlvaine (pH=4) 溶液提取时,磺胺类和四环素类的回收率大于 50%,多数在 70%~90% 之间,但是对氟喹诺酮类的提取效率非常低。含 2% 甲酸的乙腈溶液对三类抗生素的提取回收率在 0~60% 之间,且不能有效提取氟喹诺酮类物质。含 50% 乙腈的磷酸盐缓冲液 (pH=3) 溶液可以实现 3 类

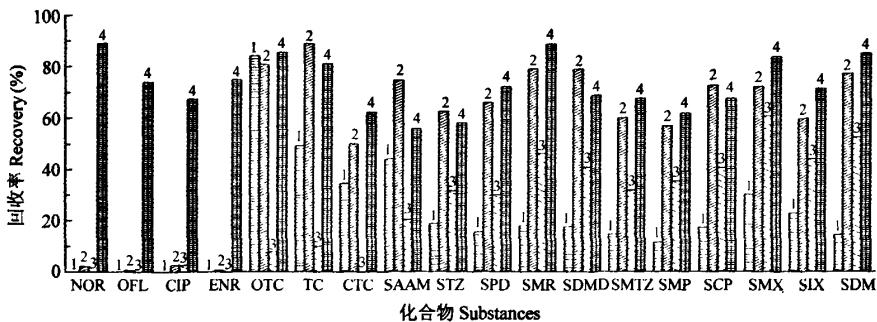


图 2 不同提取液对土壤中抗生素的提取效果
Fig.2 Efficiency of different extractions on antibiotics in soil
1. EDTA-McIlvaine (pH=4); 2. 含甲醇的 EDTA-McIlvaine (McIlvaine buffer with MeOH, 1:1, V/V, pH=4); 3. 含甲酸的乙腈 (Formic acid in ACN, 1:50, V/V, pH=2.5); 4. 50% 乙腈的磷酸盐缓冲液 (Potassium phosphate buffer with with ACN, 1:1, V/V, pH=3).

抗生素物质的同时提取,18种抗生素中回收率在56%~89%之间。

3.4 稀释条件对回收率的影响

提取液中含有大量极性有机溶剂,直接进行SPE净化,目标抗生素可能会被有机溶剂带出而无法保留在SPE柱上,可通过旋转蒸发或用相对弱极性溶剂稀释后降低有机溶剂的浓度提高回收率。文献[17]指出,含50%乙腈的磷酸盐缓冲液(pH=3)用量为15 mL时,稀释至50和100 mL目标物的流失仍然很大。本实验将30 mL含50%乙腈的磷酸盐缓冲液(pH=3)的土壤提取液用超纯水稀释至400 mL后过SPE柱,由图3可见,稀释后的回收率明显提高。

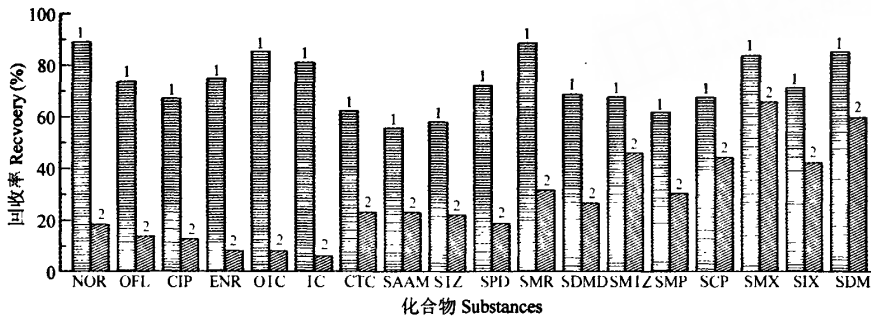


图3 稀释条件对土壤中抗生素提取影响

Fig. 3 Efficiency of dilution on antibiotics in soil

1. 稀释(Diluted); 2. 不稀释(Undiluted)。

3.5 线性范围和检出限

空白土样按照2.3节方法处理后,取适量混合标准溶液定容至1 mL,分别配制成相当于原空白土样中含5, 50, 100, 200, 500和1000 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 目标物质的系列混合标准溶液,18种抗生素浓度和峰面积的线性关系很好,相关系数 $r > 0.99$ 。

3.6 方法的回收率

采用饮用水源地周边不含目标抗生素的土样添加混合标准溶液,在添加水平为200和50 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 时进行回收率实验,结果表明,两个浓度下的平均回收率($n=3$)为55.8%~97.4%(表2)。

表2 土壤中18种抗生素的检出限及回收率($n=3$)

Table 2 Detection limits and recovery ($n=3$) of 18 antibiotics in soil

化合物 Substances	检出限 Limit of detection ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	加量 Added($\mu\text{g}/\text{kg}$)			
		200		50	
		回收率 Recovery (%, $n=3$)	RSD (%)	回收率 Recovery (%, $n=3$)	RSD (%)
诺氟沙星 Norfloxacin (NOR)	8.88	78.7	16.6	89.0	12.6
氧氟沙星 Ofloxacin (OFL)	3.36	76.2	7.3	73.7	8.4
环丙沙星 Ciprofloxacin (CIP)	7.20	80.1	17.2	67.2	10.6
恩诺沙星 Enrofloxacin (ENR)	7.78	77.4	7.0	74.8	10.4
土霉素 Oxytetracycline (OTC)	0.56	73.5	7.1	85.4	10.8
四环素 Tetracycline (TC)	0.91	78.9	4.8	81.0	4.7
金霉素 Chlortetracycline (CTC)	0.91	75.3	8.3	62.2	6.6
磺胺醋酰 Sulfacetamide (SAAM)	1.85	78.0	9.8	55.8	1.1
磺胺噻唑 Sulfathiazole (STZ)	1.37	86.8	10.6	58.1	11.5
磺胺吡啶 Sulfapyridine (SPD)	0.33	81.6	3.8	72.2	6.2
磺胺甲基嘧啶 Sulfamerazine (SMR)	0.38	94.7	10.8	88.7	11.7
磺胺二甲基嘧啶 Sulfadimidin (SDMD)	0.19	97.4	16.7	68.8	1.7
磺胺甲噻二唑 Sulfamethizole (SMTZ)	0.32	76.6	8.9	67.7	5.1
磺胺甲氧吡嗪 Sulfamethoxyppyridazine (SMP)	0.12	73.6	7.6	61.9	9.0
磺胺氯吡嗪 Sulfachloropyridazine (SCP)	0.07	83.7	12.5	67.6	5.2
磺胺甲基异噁唑 Sulfamethoxazole (SMX)	0.14	81.9	10.2	83.8	11.9
磺胺二甲基异噁唑 Sulfisoxazole (SIA)	0.12	68.9	4.3	71.4	5.8
磺胺二甲氧嘧啶 Sulfadimethoxine (SDM)	0.07	82.0	6.3	85.2	5.4

3.7 土壤环境样品的测定

在天津市饮用水源地周边,天津市北塘排污河及大沽排污河灌溉区各采集2个土样,按本方法检测。饮用水源地周边林地土样中未检出目标物。北塘排污河灌溉地有一个土样检出 ENR 和 SIA,浓度分别为 52.09 和 2.49 $\mu\text{g}/\text{kg}$,两个土样均检出 OFL,浓度分别为 23.11 和 19.23 $\mu\text{g}/\text{kg}$,未检出四环素类物质。大沽排污河灌溉地的一个土样中4种氟喹诺酮类浓度为 28.42 ~ 119.57 $\mu\text{g}/\text{kg}$,OTC 和 CTC 浓度分别为 15.61 和 11.65 $\mu\text{g}/\text{kg}$,7种磺胺类浓度为 3.00 ~ 8.54 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。另一土样中 OFL 和 ENR 浓度分别为 15.61 和 11.65 $\mu\text{g}/\text{kg}$,OTC、TC 和 CTC 浓度分别为 37.90,45.90 和 21.89 $\mu\text{g}/\text{kg}$,SIA 浓度为 1.72 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。可见两个污灌区不同程度受到抗生素污染。

实验结果表明,本方法灵敏度高、检出限低且稳定性好,可以应用于土壤中抗生素含量的分析检测。

References

- 1 Halling-Sørensen B, Norsn S, Lanzky P F, Lanzky, Ingerslev F, Holten Lützhøft H C, Jørgensen S E. *Chemosphere*, 1998, 36(2): 357 ~ 393
- 2 Miao X S, Bishay F, Chen M, Metcalfe C D. *Environ. Sci. Technol.*, 2004, 38(13): 3533 ~ 3541
- 3 XU Wei-Hai(徐维海), ZHANG Gan(张干), ZOU Shi-Chun(邹世春), LI Xiang-Dong(李向东), LI Ping(李平), HU Zhao-Hui(胡朝晖), LI Jun(李军). *Environmental Science(环境科学)*, 2007, 28(8): 1779 ~ 1783
- 4 Karthikeyan K G, Meyer M T. *Science of the Total Environment*, 2006, 361(1-3): 196 ~ 207
- 5 Batt A L, Bruce I B, Aga D S. *Environmental Pollution*, 2006, 142: 295 ~ 302
- 6 Raich-Montiu J, Folch J, Compañó R, Granados M, Prat M D. *J. Chromatogr. A*, 2007, 1172(2): 186 ~ 193
- 7 Ye Z Q, Weinberg H S, Meyer M T. *Anal. Chem.*, 2007, 79(3): 1135 ~ 1144
- 8 Fatta D, Nikolaou A, Achilleos A, Meriç S. *Trends Anal. Chem.*, 2007, 26(6): 515 ~ 533
- 9 Jacobsen A M, Halling-Sørensen B, Ingerslev F, Hansen S H. *J. Chromatogr. A*, 2004, 1038(1-2): 157 ~ 170
- 10 Tong L, Li P, Wang Y X, Zhu K Z. *Chemosphere*, 2009, 74(8): 1090 ~ 1097
- 11 Li B, Zhang T, Xu Z Y, Fang H P. *Anal. Chim. Acta*, 2009, 645(1-2): 64 ~ 72
- 12 Akın K, Işıl A B. *Sci. Total Environ.*, 2009, 407(16): 4652 ~ 4664
- 13 LI Yan-Wen(李彦文), MO Ce-Hui(莫测辉), ZHAO Na(赵娜), ZHANG Rui-Jing(张瑞京), YI Ru-Han(亦如翰). *Chinese J. Anal. Chem.(分析化学)*, 2008, 36(7): 954 ~ 958
- 14 EPA-821-R-08-002. *Method 1694: Pharmaceuticals and Personal Care Products in Water, Soil, Sediment, and Biosolids by HPLC/MS/MS*. U. S. Environmental Protection Agency Office of Water Office of Science and Technology Engineering and Analysis Division (4303T), 2007
- 15 Kim S C, Carlson K. *Anal. Bioanal. Chem.*, 2007, 387(4): 1301 ~ 1315
- 16 Martfnez-Carballo E, González-Barreiro C, Scharf S, Gans O. *Environmental Pollution*, 2007, 148(2): 570 ~ 579
- 17 Ötker Uslu M, Yediler A, Akmehmet Balcıoğlu I, Schulte-Hostede S. *Water Air Soil Pollut.*, 2008, 190(1-4): 55 ~ 63

Simultaneous Extraction and Determination of Eighteen Fluoroquinolone, Tetracycline and Sulfonamide Antibiotics from Soils Using Solid-phase Extraction and Liquid Chromatography-Tandem Mass Spectrometry

MA Li-Li, GUO Chang-Sheng, HU Wei, SHA Jian, ZHU Xing-Wang, RUAN Yue-Fei, WANG Yu-Qiu*

(Key Laboratory of Pollution Processes and Environmental Criteria of Ministry of Education,
College of Environmental Science and Engineering, Nankai University, Tianjin 300071)

Abstract An analytical method was developed for the simultaneous extraction and determination of eighteen fluoroquinolones (FQs), tetracyclines (TCs) and sulfonamides (SAs) antibiotics from soils using solid phase

extraction and liquid chromatography tandem mass spectrometry. Soil sample was firstly extracted by phosphate buffer at pH 3 in combination with 50% of organic modifier acetonitrile, then purified and concentrated by SAX and HLB column. Qualitative and quantitative analysis were carried out for the analyte under the MRM mode after the chromatography separation on Kromasil C₁₈ (250 mm × 4.6 mm, 5 μm) column. The range of recoveries (in percent) for FQs, TCs, SAs, in the soil matrix was 67.20% - 88.98%, 62.23% - 85.36%, 55.76% - 97.37% with 1.1% - 17.2% of relative standard deviation respectively in two different concentrations. The limits of quantification (LOQ, S/N = 3) were 3.36 - 8.88 μg/kg, 0.56 - 0.91 μg/kg and 0.07 - 1.85 μg/kg for FQs, TCs and SAs, respectively. This method was successfully used to detect 18 antibiotics in 6 soil samples with different land types in Tianjin. Results showed some of the antibiotics in the arable soil were detected, with concentrations of 1.72 - 119.57 μg/kg.

Keywords Fluoroquinolones; Tetracyclines; Sulfonamides; Solid phase extraction; High performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry; Soil

(Received 18 May 2009; accepted 2 September 2009)

第三届全国生命分析化学学术报告与研讨会通知(第一轮)

(2010年8月19~22日,北京)

为进一步促进我国生命分析化学研究的发展,加深学者之间的交流,强化学科交叉,由国家自然科学基金委员会化学科学部主办,北京大学、清华大学和中国科学院化学研究所共同承办的"第三届全国生命分析化学学术报告与研讨会"将于2010年8月19~22日在北京大学召开。与前两届会议的宗旨一致,本次会议仍然以形成自由研讨的氛围,让思想撞击出火花,使创造力突涌为目的,集小智为大智,化零散为整体,逐渐形成我国生命分析化学研究的独特战略思路,壮大具有特殊战斗力的我国生命分析化学研究队伍,开创生动活泼的生命分析化学研究新局面。

为此,会议号召并欢迎所有相关研究领域的学者、学生、领导以及仪器厂商踊跃报名参加会议,特别欢迎分析化学以外学科的科学工作者,比如生物化学、化学生物学、分子生物学、药理学、基础医学、临床医学、遗传学、法医学、生化工程、环境生物学、海关检疫学以及理论、计算机学者参加。

本次会议除有关学术报告外,还将设立5~8个生命分析化学重大学术问题主题讨论会,和青年科学家专场报告。欢迎代表们提出您认为有价值的讨论主题或建议。

此次会议将开辟相当规模的仪器及实验用品展览,热忱欢迎相关仪器厂商及化学试剂公司报名参展。

报名回执和论文摘要提交截止日期:2010年5月31日(以收到邮件为准)。我们会尽快开通网站。

会议联系人:刘虎威(hwliu@pku.edu.cn, 010-62754976)

邵元华(yhshao@pku.edu.cn, 010-62759394)

朱志伟(zwzhu@pku.edu.cn, 010-62757953)

国家自然科学基金委员会化学科学部

北京大学化学与分子工程学院

2009年10月18日

固相萃取-高效液相色谱-串联质谱法同时测定土壤中氟喹诺酮、四环素和磺胺类抗生素

作者: [马丽丽](#), [郭昌胜](#), [胡伟](#), [沙健](#), [朱兴旺](#), [阮悦斐](#), [王玉秋](#), [MA Li-Li](#), [GUO Chang-Sheng](#), [HU Wei](#), [SHA Jian](#), [ZHU Xing-Wang](#), [RUAN Yue-Fei](#), [WANG Yu-Qiu](#)
作者单位: [南开大学环境科学与工程学院环境污染控制过程与基准教育部重点实验室, 天津, 300071](#)
刊名: [分析化学](#) **ISTIC** **SCI** **PKU**
英文刊名: [CHINESE JOURNAL OF ANALYTICAL CHEMISTRY](#)
年, 卷(期): 2010, 38(1)
被引用次数: 1次

参考文献(17条)

- [Halling-Sørensen B;Norsn S;Lanzky P F;Lanzky, Ingerslev F,Holten Lützh\(Φ\)ft H C,J\(Φ\)rgensen S E 查看详情 1998\(02\)](#)
- [Jacobsen A M;Halling-S rensen B;Ingerslev F;Hansen S H 查看详情 2004\(1-2\)](#)
- [Fatta D;Nikolaou A;Achilleos A;Meri ζ S Analytical methods for tracing pharmaceutical residues in water and wastewater\[外文期刊\] 2007\(06\)](#)
- [Ye Z Q;Weinberg H S;Meyer M T Trace analysis of trimethoprim and sulfonamide, macrolide, quinolone, and tetracycline antibiotics in chlorinated drinking water using liquid chromatography electrospray tandem mass spectrometry\[外文期刊\] 2007\(03\)](#)
- [Raich-Montiu J;Folch J;Compa\(n\) ó R;Granados M Prat M D 查看详情 2007\(02\)](#)
- [Batt A L;Bruce I B;Aga D S 查看详情 2006](#)
- [Karthikeyan K G;Meyer M T 查看详情 2006\(1-3\)](#)
- [徐维海;张干;邹世春;李向东 李平 胡朝晖 李军 典型抗生素类药物在城市污水处理厂中的含量水平及其行为特征\[期刊论文\]-环境科学 2007\(08\)](#)
- [Miao X S;Bishay F;Chen M;Metcalf C D 查看详情 2004\(13\)](#)
- [ötter Uslu M;Yediler A;Akmehmet Balç ı oğlu I;Schulte-Hostede S 查看详情 2008\(1-4\)](#)
- [Martínez-Carballo E;González-Barreiro C;Scharf S;Gans O Environmental monitoring study of selected veterinary antibiotics in animal manure and soils in Austria\[外文期刊\] 2007\(02\)](#)
- [Kim S C;Carlson K 查看详情 2007\(04\)](#)
- [EPA-821-R-08-002. Method 1694:Pharmaceuticals and Personal Care Products in Water, Soil, Sediment, and Biosolids 2007](#)
- [李彦文;莫测辉;赵娜;张瑞京 亦如翰 高效液相色谱法测定水和土壤中磺胺类抗生素\[期刊论文\]-分析化学 2008\(07\)](#)
- [Akin K;I ζ ı l A B 查看详情 2009\(16\)](#)
- [Li B;Zhang T;Xu Z Y;Fang H P A Novel Intumescent Flame-Retardant System for Flame-Retarded LLDPE/EVA Composites\[外文期刊\] 2009\(1-2\)](#)
- [Tong L;U P;Wang Y X;Zhu K Z 查看详情 2009\(08\)](#)

本文读者也读过(2条)

- [刘虹, 张国平, 刘从强. Liu Hong, Zhang Guo-Ping, Liu Cong-Qiang 固相萃取-色谱测定水、沉积物及土壤中氯霉素和3种四环素类抗生素\[期刊论文\]-分析化学2007, 35\(3\)](#)

2. 邵义萍. 莫测辉. 李彦文. 包艳萍. 张艳. 姚圆. 罗晓栋. TAI Yi-Ping. MO Ce-Hui. LI Yan-Wen. BAO Yan-Ping. ZHANG Yan. YAO Yuan. LUO Xiao-Dong 固相萃取-高效液相色谱-荧光检测土壤中喹诺酮类抗生素 [期刊论文]-分析化学 2009, 37(12)

引证文献(1条)

1. 梁静芳. 李再兴. 剧盼盼. 田宝阔. 任旭光. 唐蕾 环境介质中抗生素残留检测方法研究进展 [期刊论文]-河北化工 2010(10)

本文链接: http://d.g.wanfangdata.com.cn/Periodical_fxhx201001004.aspx