DOI:10.7524/j.issn.0254-6108.2013.06.018

固相萃取-高效液相色谱-串联质谱法同时 测定蔬菜中 8 种磺胺类抗生素*

吴小莲^{1,2} 包艳萍¹ 向 垒¹ 严青云¹ 姜元能¹ 李彦文^{1,2} 黄献培^{1,2} 莫测辉^{1**}

(1.暨南大学环境工程系,广东省高校水土环境毒害性污染物防治与生物修复重点实验室,广州,510632;2.暨南大学水生生物研究所,广州,516032)

摘 要 建立了固相萃取-高效液相色谱-串联质谱同时测定蔬菜中 8 种磺胺类抗生素(SAs)的分析方法.以 10 mL 乙腈(添加 2 g 无水硫酸钠、0.1 g 乙酸钠、0.1 g Na₂EDTA)进行提取,HLB 柱净化富集.采用 RESTEK Pinnacle II C18 色谱柱,以水(含 0.1%甲酸)和乙腈(含 0.1%甲酸)为初始流动相进行梯度洗脱.在电喷雾-多反应检测离子模式下,进行定性定量分析.SMZ 的方法定量限为 0.2 μ g·kg⁻¹,其它 7 种化合物的定量限均 为 0.1 μ g·kg⁻¹.不同加标浓度(5—100 μ g·kg⁻¹)下 8 种 SAs 的回收率大部分约在 70% 以上,相对标准偏差 (RSD)多数小于 10%,表明该方法能够满足实际样品的分析要求.利用该方法对某无公害蔬菜基地进行分析,蔬菜中检出 3 种以上磺胺类抗生素,含量在 0.20—17.43 μ g·kg⁻¹(干重)之间,总含量在 2.42—27.60 μ g·kg⁻¹之间.

关键词 磺胺类抗生素(SAs),高效液相色谱-串联质谱法(HPLC-MS/MS),蔬菜.

磺胺类抗生素(SAs)是具有对氨基苯磺酰胺结构的一类药物的总称,广泛应用于动物养殖业.进入动物体内的抗生素不能完全代谢,大部分以原型或代谢产物的形式随动物粪尿排出体外^[1].现代农业生产中将动物粪尿作为有机肥,导致了农业土壤中抗生素的污染^[2-4].人类医疗使用的 SAs 也不断进入环境^[5].磺胺类抗生素在环境水体、饮用水、土壤、底泥等环境中均有不同程度检出^[6-8].农业土壤和灌溉水的抗生素污染,以及施用含抗生素的粪肥将导致抗生素在蔬菜中的吸收积累^[9-12],对人体健康造成潜在危害^[13-14].抗生素污染及其生态毒理效应越来越受到人们关注^[15-17].

国内外对于动物性食品中 SAs 污染问题一直十分重视,并制定了残留量和每日摄取量控制标 准^[18-19]. 而蔬菜等植物性食品中 SAs 的污染问题却鲜见报道^[10,12]. 环境蔬菜样品中 SAs 含量甚微,且基 质复杂,对分析方法干扰大,传统的高效液相色谱分析难以满足分析要求.

本文在前期所建立的高效液相色谱分析方法^[10]的基础上,进一步建立了高效液相色谱-串联质谱 同时测定蔬菜中8种磺胺类抗生素的分析方法.实验过程中优化了样品前处理步骤和色谱-质谱条件, 方法的灵敏度和准确度较高,可满足蔬菜样品分析检测要求.

1 实验部分

1.1 仪器和试剂

Agilent 1100 型高效液相色谱仪, API4000 型电喷雾(ESI)离子源串联质谱仪; LL3000 型冷冻干燥仪; SHZ-82 恒温震荡器; KQ-250E 超声波清洗器; HC-3018R 高速冷冻离心机; 旋转蒸发仪; 氮气浓缩装置; Visiprep[™]-DL 型固相萃取装置(Supelco); Oasis HLB 固相萃取柱(3 mL/60 mg, Supelco).

8种磺胺类抗生素分别是:磺胺嘧啶(Sulfadiazine,SD)、磺胺吡啶(Sulfpyride,SPD)、磺胺二甲基嘧

²⁰¹²年9月18日收稿.

^{*}国家自然科学基金项目(41173101);广东省自然科学基金重点项目(20110200003196);广东高校高层次人才项目资助.

^{* *} 通讯联系人, Tel: 020-85226615; E-mail: tchmo@jnu.edu.cn

啶(Sulfamethazine, SM2)、磺胺噻唑(Sulfathiazole,ST)、磺胺甲基嘧啶(Sulfamerazine,SM1)、磺胺-5-甲氧 嘧啶(Sulfameter,SMT)、磺胺甲恶唑(Sulfamethoxazole,SMZ)、磺胺间二甲氧嘧啶(Sulfadimethoxine, SDM),均产自德国 Dr. Ehrenstorfer 公司,纯度均>98.0%.甲醇、乙腈为色谱纯(Sigma 公司);无水硫酸 钠(Na₂SO₄)、柠檬酸、乙二胺四乙酸二钠(Na₂EDTA)均为分析纯;实验用水为高纯水.

蔬菜样品来源于广州市某无公害蔬菜基地,采集了大白菜、花菜、生菜和油麦菜4种叶菜类样品.样 品先用自来水冲洗表面灰尘,再用去离子水清洗2—3次,冷冻干燥后磨碎,用棕色密封玻璃瓶于冰箱中 保存备测.

1.2 样品前处理

准确称取 1.00 g 蔬菜(以大白菜为例)干样于 50 mL 离心管中,加入 10 mL 乙腈和2 g 无水硫酸钠、 0.1 g 柠檬酸、0.1 g 乙二胺四乙酸二钠,振荡 10 min 后超声 15 min,10 ℃下 12000 r·min⁻¹离心 15 min, 收集上清液. 残渣用上述方法反复提取 2 次,合并上清液. 往清液中加 1 mL 水,于旋转蒸发仪上减压蒸 发至 1 mL 左右,过 HLB 固相萃取小柱(过柱前,柱子依次用 6 mL 甲醇和 6 mL 水进行活化),再用 3 mL 甲醇洗脱. 洗脱液于 40 ℃水浴中氮吹浓缩至近干,加入 1 mL 甲醇-水(1:1,*V*:*V*)复溶,溶液过 0.22 µm 膜,于样品瓶中存放在 –4 ℃的冰箱中待测.

1.3 液相色谱-质谱条件

1.3.1 液相色谱条件

RESTEK Pinnacle II C18 色谱柱(5 μm,50 mm×2.1 mm). 流动相A:水(含0.1%甲酸),流动相B: 乙腈(含0.1%甲酸),梯度洗脱程序(表1)进行分析;流速:300 μL·min⁻¹;柱温:20 ℃.进样量:2 μL.

		Table 1 Eluent	gradient conditions	5	
时间/ min	水 (含0.1%甲酸)	乙腈 (含0.1%甲酸)	时间/ min	水 (含0.1%甲酸)	乙腈 (含0.1%甲酸)
0	90	10	10	10	90
4	70	30	11	90	10
6	70	30	16	90	10
7	10	90			

表1 流动相梯度洗脱条件

1.3.2 质谱条件

离子源:电喷雾(ESI)离子源,正离子化模式;气帘气(CUR):15 psi;雾化气(CS1):40 psi;干燥气(CS2):50 psi;喷雾电压(IS):5500 V;碰撞气(CAD):Hight;离子源温度:500 ℃;扫描方式:多反应离子 监测(MRM).检测离子对、去簇电压(DP)和碰撞能量(CE)见表 2.

Table 2 HPLC-MS/MS parameters for the eight sulfonamides									
化合物	保留时间	定性离子对(m/z)	定量离子对(m/z)	DP/V	CE/V				
SD	1.46	251.3/156.2	251.3/108.3	60	25				
SPD	1.85	250.2/156.2	250.2/184.2	68	30				
ST	1.90	256.2/156.2	256.2/108.2	55	23				
SM1	2.01	265.2/156.2	265.2/172.1	60	25				
SM2	2.72	279.2/186.2	279.2/156.2	65	25				
SMT	3.80	281.2/156.2	281.2/108.2	65	25				
SMZ	6.20	254.3/156.2	254.3/108.1	62	25				
SDM	7.56	311.2/156.2	311.2/218.3	75	52				

表2 8种磺胺类抗生素的色谱-质谱参数

2 结果与讨论

2.1 提取液的选择

磺胺类抗生素一般采用有机溶剂进行提取,如二氯甲烷或乙腈.但二氯甲烷容易提取基质中类脂

物,浓缩后不容易脱脂,乙腈也容易将基质中蛋白质提取出来^[20].因此,一般采取酸化的有机溶剂来进 行提取^[21].实验分别用乙腈、酸化乙腈、二氯甲烷作为样品提取液,对样品添加 100 μg·kg⁻¹标准溶液进 行提取实验.结果表明,酸化乙腈提取蔬菜中 8 种 SAs 的回收率均比乙腈的高.二氯甲烷对 SM1、SM2、 SDM 有较高的回收率,但对其它 5 种 SAs 的回收率比酸化乙腈的低.酸化乙腈提取蔬菜中 8 种 SAs 的回 收率均在 67% 以上(图 1).添加适量 Na₂SO₄、CH₃COONa、Na₂EDTA 能进一步提高提取效率^[10].因此,本 实验采用 10 mL 酸化乙腈(添加 2 g Na₂SO₄、0.1 g CH₃COONa、0.1 g Na₂EDTA)作为提取液.





2.2 样品的净化

采用去脂净化和 HLB 柱净化进行处理. 去脂净化即取 5 mL 提取出的溶液,用 5 mL 正己烷去脂两次,再氮气吹至近干,定溶测定. 去脂净化处理时(表 3),虽然 SPD 和 SDM 都有较好的回收率,但 SM1、SM2 和 SMT 的回收率均低于 40%. 而采用 HLB 柱处理时(表 3),各化合物都有较高的回收率(大于 60%).因此,本文选择过 HLB 柱的方法进行预处理.

表3 净化处理方法对 SAs 回收率的影响(%)

Table 3 Effect of purification treatments on the recoveries of SAs										
	SD	SPD	ST	SM1	SM2	SMT	SMZ	SDM		
去脂净化	59.03	85.29	72.38	38.12	38.23	30.86	76.97	83.99		
HLB 柱净化	73.54	73.60	67.45	88.04	71.45	91.01	67.88	70.07		

2.3 洗脱液的选择

样品提取液过 HLB 柱处理后,分别用甲醇和酸化乙腈洗脱,甲醇洗脱所得 8 种 SAs 的回收率均在 70% 以上,而酸化乙腈洗脱所得 8 种 SAs 的回收率均在 50% 以下(图 2).因此,本实验选择甲醇作为洗脱液.



Fig. 2 Effect of eluent on the recoveries of SAs antibiotics

2.4 色谱-质谱条件的优化

SAs 结构式中含有氨基,具有弱碱性.因此,调节流动相 pH,可以抑制弱碱的离解,从而导致保留时间的改变.研究表明,用水(含0.1%甲酸)和乙腈(含0.1%甲酸)混合溶液进行梯度洗脱,可以较好地将 8 种 SAs 分离开来(图3).质谱仪采用母离子和两个子离子分别形成离子对进行定性定量分析,色谱分离不完全的化合物在质谱部分也能准确进行分析.因此,虽然 SPD、ST 和 SM1 具有相近的保留时间,但由于其母离子和子离子不同,也能定性定量分析.





根据磺胺类抗生素分子的结构特征,选择 ESI(+)作为电离模式.采用半自动进样方式,以 2 μL·min⁻¹将 20 μg·L⁻¹的磺胺类抗生素标准工作储备液注入离子源中,在多级反应监测(MRM)模式 下对磺胺类抗生素进行一级质谱分析(Q1 扫描),得到分子离子峰.选取相应的母离子峰,对其子离子 进行二级质谱分析(Q2 扫描),得到碎片离子信息.再对磺胺类抗生素的二级质谱的去簇电压(DP)、聚 焦电压(FP)、碰撞气(CAD)、碰撞能量(CE)、电喷雾电压(IS)等质谱参数进行优化,以使每种磺胺类抗 生素的分子离子与特征离子碎片产生的离子强度都达到最大化(图4).

2.5 线性范围和定量限

将标准品母液用初始流动相进行稀释,配成浓度为0.1、0.2、1、6、20、40、80 μg·L⁻¹的混合标准系列 溶液.在上述实验条件下进样,得到 8 种 SAs 峰面积(y)与质量浓度(x)的线性关系,相关系数(r)为 0.9979—0.9999(表4).在浓度为0.1 μg·L⁻¹时,除 SMZ 以外,其它7 种 SAs 的信噪比(S/N)均大于10. 当浓度为0.2 μg·kg⁻¹时,SMZ 的 S/N 大于10.因此,该实验方法对 SMZ 的定量限为0.2 μg·kg⁻¹,其它 7 种 SAs 的定量限均为0.1 μg·kg⁻¹.

	Table 4	Linear relation, correlation coefficient and limit of quantitation of eight sulfonamides								
化合物		线性关系	相关系数(r)	定量限/(µg⋅kg ⁻¹)						
SD		$y = 2.48 \times 10^4 x + 4.82 \times 10^4$	0.9979	0.1						
SPD		$y = 2.47 \times 10^4 x + 1.85 \times 10^4$	0.9996	0.1						
ST		$y = 3.29 \times 10^4 x + 1.61 \times 10^4$	0.9997	0.1						
SM1		$y = 2.39 \times 10^4 x + 1.06 \times 10^4$	0.9999	0.1						
SM2		$y = 3.44 \times 10^4 x + 1.1 \times 10^4$	0.9993	0.1						
SMT		$y = 3.73 \times 10^4 x + 1.74 \times 10^4$	0.9995	0.1						
SMZ		$y = 2.36 \times 10^4 x + 3.06 \times 10^4$	0.9984	0.2						
SDM		$y = 6.66 \times 10^4 x + 6.15 \times 10^4$	0.9996	0.1						

表4 8种 SAs 的线性关系、相关系数和定量限



图 4 磺胺类抗生素的二级质谱全扫描图 Fig. 4 Product ion spectra of sulfonamide antibiotics

2.6 回收率和精密度

以1g蔬菜(以大白菜为例)为实验样品进行不同浓度加标回收试验(添加浓度分别为5、50、100 µg·kg⁻¹).样品加标后放置12h进行老化平衡,按上述优化的方法进行前处理和分析测定,定量计算回收率和相对标准偏差(RSD).除了SM2在5 µg·kg⁻¹添加浓度时回收率较低(49.37%)以外,不同加标浓度下8种 SAs 的回收率在62.03%—91.01%之间,大部分约在70%以上.RSD在1.07%—14.00%之间,绝大部分RSD小于10%(表5).表明该方法具有较高的准确度和精密度,能够满足实际样品的分析要求.

2.7 不同植物样品对提取过程的影响

表 6 是不同蔬菜中 8 种 SAs 的回收率,分别代表了叶菜类蔬菜(生菜和通菜)、瓜果类蔬菜(苦瓜和 冬瓜)和根类蔬菜(红萝卜和番薯).从表中可以看出不同蔬菜中同种化合物的回收率不同;除了红萝卜 对 SM2 的回收率(34.00%)偏低以外,其它化合物均有较高的回收率(>56.60%);虽然不同蔬菜中各 个化合物的回收率不同,但差异不大,表明该方法对不同类型蔬菜样品中 SAs 的分析具有通用性.

Table 5 R	ecoveries and re	lative standsa	rd deviations	RSD of eight	SAs in vegeta	able samples(%, $n=3$)	
添加浓度/(µg·kg ⁻¹)	SD	SPD	ST	SM1	SM2	SMT	SMZ	SDM
5	78.22	62.12	75.30	62.81	49.37	81.37	83.95	76.00
	(7.87)	(8.83)	(10.97)	(8.83)	(4.22)	(1.07)	(3.56)	(4.66)
50	69.98	62.03	62.35	63.18	67.91	84.55	74.04	80.10
	(6.65)	(10.30)	(12.05)	(10.32)	(10.77)	(7.23)	(5.57)	(14.00)
100	73.54	73.60	67.45	88.04	71.45	91.01	67.88	70.07
	(6.66)	(7.29)	(3.69)	(2.33)	(4.31)	(4.70)	(4.37)	(2.44)

表5 蔬菜中8种SAs的加标回收率及相对标准偏差(%)(n=3)

表6 不同蔬菜中8种 SAs 的回收率(%)

Table 6 Recovery of eight SAs in different vegetable samples (%)

		2	0	e		, ,		
蔬菜品种	SD	SPD	ST	SM1	SM2	SMT	SMZ	SDM
生菜	64.30	63.19	66.14	80.85	81.73	78.81	95.88	77.83
通菜	90.52	106.38	105.06	94.84	94.75	86.76	88.52	79.72
苦瓜	85.12	97.12	79.55	97.05	102.33	104.53	94.63	92.53
冬瓜	87.20	82.45	90.02	93.79	84.57	99.67	85.55	81.67
红萝卜	87.31	64.93	101.49	72.20	34.00	56.60	70.27	63.60
番薯	94.33	87.07	77.94	98.83	75.68	113.83	92.59	91.33

2.8 蔬菜样品中8种SAs的测定

利用上述所建立的分析方法,对广州市某无公害蔬菜基地的大白菜、花菜、生菜和油麦菜样品进行 了测定(表7).每种蔬菜中均检出3种以上磺胺类抗生素,含量在0.11—17.43 μg·kg⁻¹(干重)之间,总 含量在2.42—27.60 μg·kg⁻¹之间,其中SD和SM2在各蔬菜中均被检出.

表7 不同蔬菜样品中8种 SAs 的含量(μg·kg⁻¹,干重)

Table 7	Analytical r	esults of eight	sulfonamides in	different	vegetable	samples(μg∙kg⁻	-1)
---------	--------------	-----------------	-----------------	-----------	-----------	----------	--------	-----

蔬菜	SD	SPD	ST	SM1	SM2	SMT	SMZ	SDM	ΣSAs
大白菜	17.43	_	2.22	0.11	0.11	_	0.75	_	20.62
花菜	0.59	_	-	-	0.24	_	1.39	0.20	2.42
生菜	17.14	—	2.1	—	8.36	—	_	—	27.60
油麦菜	10.13	_	1.58	_	2.18	0.13	_	0.44	14.46

注:一表示低于定量限.

3 结论

建立了固相萃取-高效液相色谱-串联质谱同时测定蔬菜中 8 种磺胺类抗生素的分析方法. SMZ 的方法 定量限为 0.2 μg·kg⁻¹,其它 7 种化合物的定量限均为 0.1 μg·kg⁻¹. 不同加标浓度(5—100 μg·kg⁻¹)下 8 种化合物的回收率大部分约在 70% 以上,相对标准偏差(RSD)多数小于 10%,能够满足实际样品的分析 要求. 无公害蔬菜样品也普遍检出磺胺类抗生素,总含量在 2.42—27.60 μg·kg⁻¹(干重)之间.

参考文献

Halling-Sørensen B, Nielsen S N, Lanzky P F, et al. Occurrence, fate and effects of pharmaceutical substances in the environment: A review [J]. Chemosphere, 1998,36(2):357-393

[2] Chang X S, Michael T. Meyer, Liu X Y, et al. Determination of antibiotics in sewage from hospitals, nursery and slaughter house, wastewater treatment plant and source water in Chongqing region of Three Gorge Reservoir in China[J]. Environmental Pollution, 2010, 158(5):1444-1450

[3] Zhao L, Dong Y H, Wang H. Residues of veterinary antibiotics in manures from feedlot livestock in eight provinces of China[J]. Science of the Total Environment, 2010, 408(5): 1069-1075

- [4] Haller M Y, Muller S R, McArdell C S, et al. Quantification of veterinary antibiotics (Sulfonamides and Trimethoprim) in animal manure by liquid chromatography-mass spectrometry[J]. Journal of Chromatography A, 2002, 952(1/2):111-120
- [5] Jiang L, Hu X, Yin D, et al. Occurrence, distribution and seasonal variation of antibiotics in the Huangpu River, Shanghai, China[J]. Chemosphere, 2011, 82(6) :822-828.

- [6] Aust M O, Godlinski F, Travis G R, et al. Distribution of sulfamethazine, chlortetracycline and tylosin in manure and soil of Canadian feedlots after subtherapeutic use in cattle[J]. Environmental Pollution, 2008, 156(3):1243-1251
- [7] Martínez-Carballo E, Gonza'lez-Barreiro C, Scharf S, et al. Environmental monitoring study of selected veterinary antibiotics in animal manure and soils in Austria[J]. Environmental Pollution, 2007, 148(2) :570-579
- [8] 徐维海,张干,邹世春,等.香港维多利亚港和珠江广州河段水体抗生素的含量特征及其季节变化[J].环境科学,2006,27(12): 2458-2462
- [9] 吴小莲,莫测辉,李彦文,等.蔬菜中喹诺酮类抗生素污染探查与风险评价:以广州市超市蔬菜为例[J].环境科学,2011,32(6): 168-174
- [10] 包艳萍,李彦文,莫测辉,等.固相萃取-高效液相色谱法分析蔬菜中6种磺胺类抗生素[J].环境化学,2010,29(3):513-518
- [11] Lillenberg M, Litvin S. V, Nei L, et al. Enrofloxacin and ciprofloxacin uptake by plants from soil [J]. Agronomy Research, 2010, 8 (1): 807-814
- [12] Hu X G, Zhou Q X, Luo Y. Occurrence and source analysis of typical veterinary antibiotics in manure, soil, vegetables and groundwater from organic vegetable bases, northern China[J]. Environmental Pollution, 2010, 158(9): 2992-2998
- [13] Ran Tao, Guang-Guo Ying, Hao-Chang Su, et al. Detection of antibiotic resistance and tetracycline resistance genes in Enterobacteriaceae isolated from the Pearl rivers in South China[J]. Environmental Pollution, 2010, 158(6) :2101-2109
- [14] 陈杖榴,曾振灵.对我国动物源性食品中兽药残留问题的思考.中国动物保健[J],2003,12:8-12
- [15] Thiele-Bruhn S, Beck I C. Effects of sulfonamide and tetracycline antibiotics on soil microbial activity and microbial biomass [J]. Chemosphere, 2005, 59(4):457-465
- [16] Migliore L, Cozzolino S, Fiori M. Phytotoxicity to and uptake of enrofloxacin in crop plants[J]. Chemosphere, 2003, 52(7): 1233-1244
- [17] Kong WD, Zhu YG, Fu BJ, et al. The veterinary antibiotic oxytetracycline and Cu influence functional diversity of the soil microbial community[J]. Environmental Pollution, 2006, 143(1): 129-137
- [18] Cháfer-Pericás C, Maquieira A. Puchades Multiresidue determination of antibiotics in feed and fish samples for food safety evaluation. Comparison of immunoassay vs LC-MS-MS[J]. Food Control, 2011, 22(6) : 993-999
- [19] Donkor E S, Newman M J, Tay S C K, et al. Investigation into the risk of exposure to antibiotic residues contaminating meat and egg in Ghana[J]. Food Control, 2011, 22(6):869-873
- [20] Maia P P, Silva EC, Rath S, et al. Residue content of oxytetracycline applied on tomatoes grown in open field and greenhouse [J]. Food Control, 2009, 20(1):11-16
- [21] Tao R, Ying G G, Su H C, et al. Detection of antibiotic resistance and tetracycline resistance genes in Enterobacteriaceae isolated from the Pearl rivers in South China[J]. Environmental Pollution, 2010, 158(6):2101-2109

Simultaneous determination of eight sulfonamide antibiotics in vegetables using solid phase extraction and high performance liquid chromatography coupled with mass spectrometry

WU Xiaolian ^{1,2}	$BAO \ Yanping^1$	XIANG Lei ¹	YAN	$Qingyun^1$
JIANG Yuanneng ¹	LI Yanwen ^{1,2}	HUANG Xianp	$ei^{1,2}$	MO Cehui ¹

(1. Key Laboratory of water/soil toxic pollutants control and bioremediation of Guangdong Higher Education Institutions,

Department of Environmental Engineering, Jinan University, Guangzhou, 510630;

2. National Key Disicpline of Hydrobiology, Jinan University, Guangzhou, 510632)

ABSTRACT

An analytical method for the simultaneous determination of eight sulfonamide antibiotics (sulfadimethoxine, sulfpyride, sulfamethazine, sulfathiazole, sulfamerazine, sulfamethoxazole, sulfameter and sulfadiazine) in vegetables was presented using solid phase extraction and high performance liquid chromatography coupled with mass spectrometry. Vegetable samples were extracted by acetonitrile (containing 2 g anhydrous sodium sulfate, 0.1 g sodium acetate and 0.1 g disodium ethylenediamine tetraacetate), then purified and enriched by the HLB column. The sulfonamide antibiotics were separated on RESTEK Pinnacle II C18 column with mobile phase containing 0.1% acetic acid and acetonitrile (0.1% acetic acid) and then determined by electrospray ionization mass spectrometry (ESI-MS). The quantitative limits of method were 0.2 μ g·kg⁻¹ for SMZ and 0.1 μ g·kg⁻¹ for the other seven analytes. Recoveries were mostly above 70% and relative standard deviation (RSD) was mostly under 10% at various spiking levels. The method was successfully applied to test sulfonamides in vegetable samples with total content from 2.42 μ g·kg⁻¹ to 27.60 μ g·kg⁻¹.

Keywords: sulfonamide antibiotics, HPLC-MS/MS, vegetables.