

全新一代三重四极杆 TSQ Quantis 测定 9 种青霉素类药物残留

王伟 吕辰 徐牛生

赛默飞世尔科技（中国）有限公司 上海 201206

摘要

本文参考 GB/T 20755-2006、GB/T 21315-2007 等国标，在赛默飞全新三重四极杆 TSQ Quantis 上建立了青霉素类抗生素的液质检测方法。9 种化合物在其相应的浓度范围内线性关系良好 ($r^2 > 0.998$)，完全满足国标对青霉素类抗生素残留的检测要求。

关键词

TSQ Quantis, 青霉素类化合物

引言

青霉素 (Penicillins) 是属于 β -内酰胺类药物的一类广谱抗生素，一直广泛应用于人类、畜禽业及水产养殖中的各种细菌感染的防治。随着产量和用量的不断增加，加之药品的盲目使用，食品、水体等抗生素残留问题日益突出。抗生素的残留可增强细菌耐药性，破坏人体和动物胃肠道及环境微生物生态平衡，可能对人体健康产生严重影响。

本文建立了基于 Thermo Fisher TSQ Quantis 三重四极杆串联质谱仪检测 9 种青霉素类抗生素的方法。本方法灵敏度高，稳定性好，满足 GB/T 20755-2006 畜禽肉中九种青霉素类药物残留量的测定以及 GB/T 21315-2007 动物源性食品中青霉素类抗生素残留量检测方法，适用于食品安全监控中有关青霉素类抗生素的残留检测。

实验条件

仪器装置

Thermo Fisher Vanquish Binary Horizon 超高压液相色谱和 TSQ Quantis 三重四极杆质谱仪

仪器方法

液相色谱方法

色谱柱: Thermo Hypersil Gold (100 mm*2.1 mm, 1.9 μ m)，柱温: 30 $^{\circ}$ C；进样量: 5 μ L

流动相 A 为 0.1% 甲酸水，B 为甲醇，梯度洗脱程序见表 1。

表 1. 梯度洗脱程序

Time(min)	Flow Rate(mL/min)	A%	B%
0.0	0.3	90	10
0.5	0.3	90	10
4.5	0.3	10	90
6.5	0.3	10	90
6.6	0.3	90	10
10.0	0.3	90	10

质谱方法

电喷雾离子源 (ESI)，正离子模式；监测模式：选择反应监控 (SRM)；喷雾电压：3500 V；鞘气压力：40 Arb；碰撞气压力：2.0 mTorr；选择反应监测离子对信息见表 2。辅助气压力：5 Arb；蒸发温度：200 °C；离子传输管温度：

表 2. 化合物离子对信息

Compound	Precursor (m/z)	Product (m/z)	CE (V)	RF Lens (V)
Penicillin G 青霉素 G	335.038	160.054	10.23	140.78
		176.071*	14.28	
Ampicillin 氨苄西林	350.138	106*	19.14	156.24
		160.054	12.62	
Penicillin V 青霉素 V	351.038	114	32.75	144.41
		160.054*	10.23	
Amoxicillin 阿莫西林	366.088	113.988	21.11	131.45
		208*	13.68	
Oxacillin 苯唑西林	402.088	160.054*	12.27	161.25
		243.054	14.21	
Nafcillin 萘夫西林	415.088	171	36.12	157.15
		199*	14.4	
Cloxacillin 氯唑西林	436.05	160.054	12.24	172.62
		277.042*	14.85	
Dicloxacillin 双氯西林	470	160.054*	13.22	182.63
		310.917	15.57	
Piperacillin 哌嗪西林	518.138	143.054*	21.83	205.6
		160.054	10.23	

注：标“*”为定量离子

标准溶液的配制

取适量的青霉素类化合物标准品混合储备液，稀释成浓度范围为 0.01 ng/mL ~ 500 ng/mL 的标准溶液。

结果与讨论

灵敏度测试

采用上述仪器分析方法，对 9 种青霉素类化合物进行测试，检出限结果见表 3，提取离子流图见图 1。

表 3. 9 种青霉素类化合物检出限、线性范围及线性相关系数

化合物	检出限 (ng/mL)	线性范围 (ng/mL)	线性相关系数 (R ²)
青霉素 G	0.05	0.1~500	0.9983
氨苄西林	0.01	0.05~500	0.9993
青霉素 V	0.1	0.5~500	0.9991
阿莫西林	0.05	0.1~500	0.9990
苯唑西林	0.1	0.5~500	0.9990
萘夫西林	0.05	0.1~500	0.9995
氯唑西林	0.1	0.5~500	0.9992
双氯西林	0.5	0.5~500	0.9986
哌嗪西林	0.05	0.1~500	0.9980

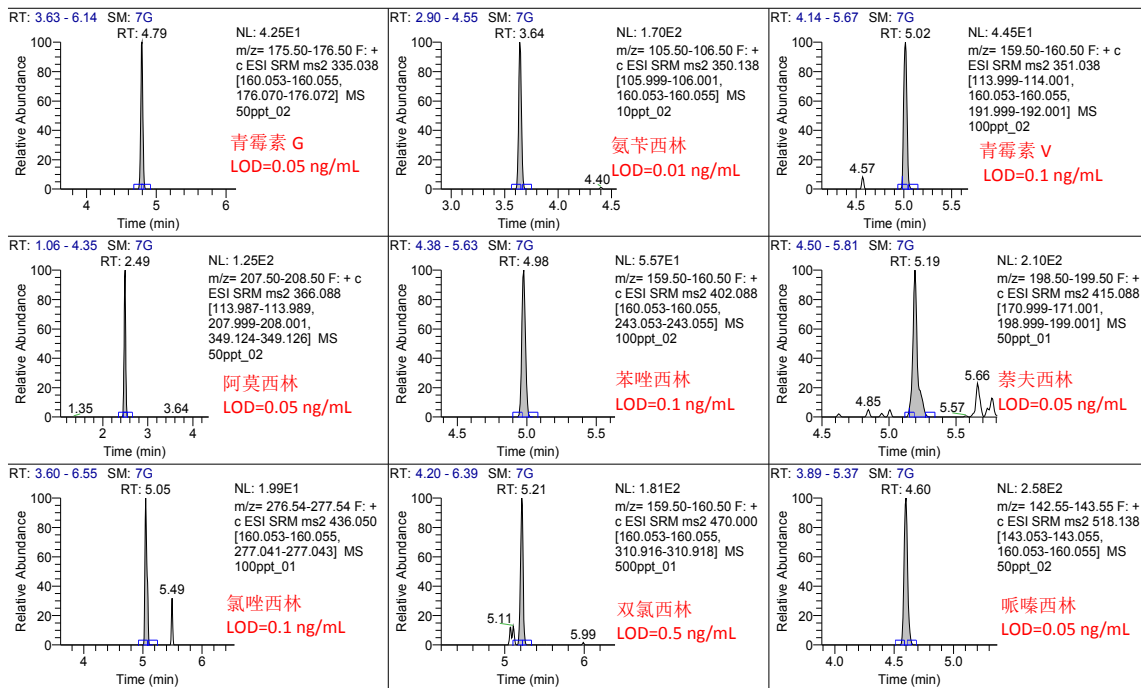


图 1：青霉素类化合物检出限提取离子流图

线性范围测试

采用上述仪器分析方法对 9 种青霉素类化合物进行线性范围测试，线性相关系数 R^2 均 ≥ 0.998 ，线性关系良好。

9 种青霉素类化合物线性方程及线性相关系数见表 3，线性方程图见图 2。

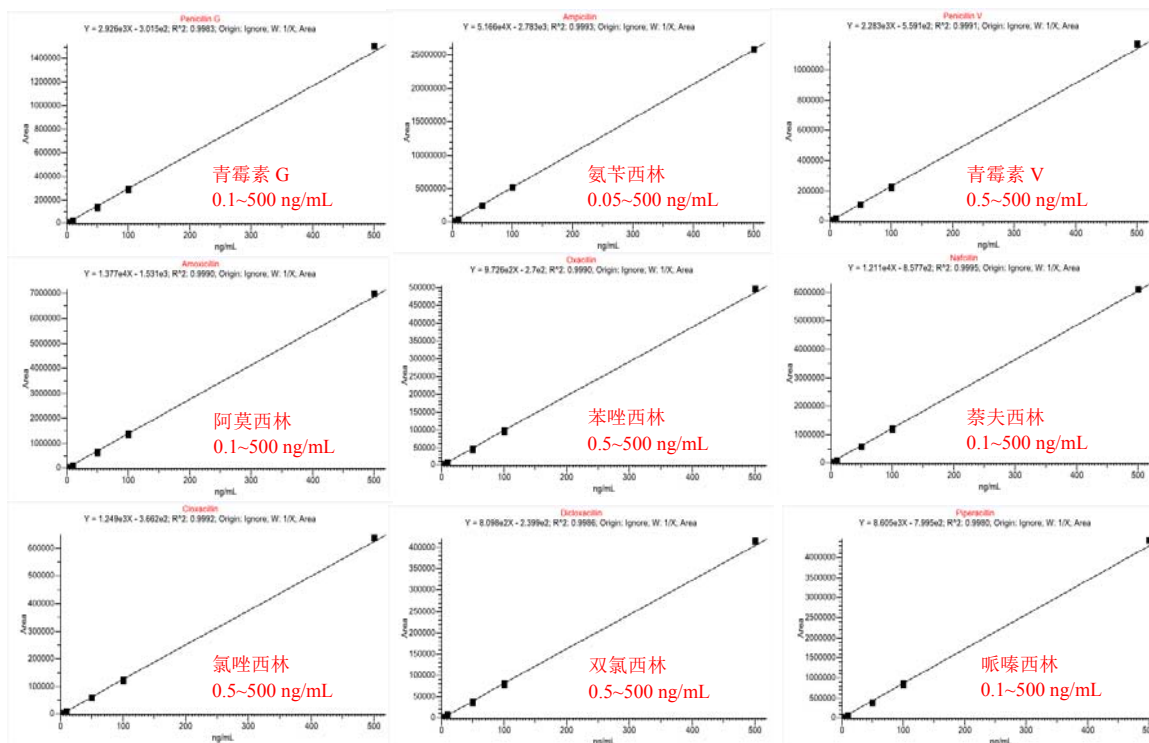


图 2：青霉素类化合物线性范围

稳定性测试

采用上述仪器分析方法对浓度水平为 10 ng/mL 的 9 种青霉素类化合物进行稳定性测试 (n=6)，其中青霉素 V

RSD% 为 1.68% (见图 3)，9 种青霉素类化合物峰面积及 RSD% 测试结果见表 4，RSD% 均小于 4.5%，结果表明稳定性良好。

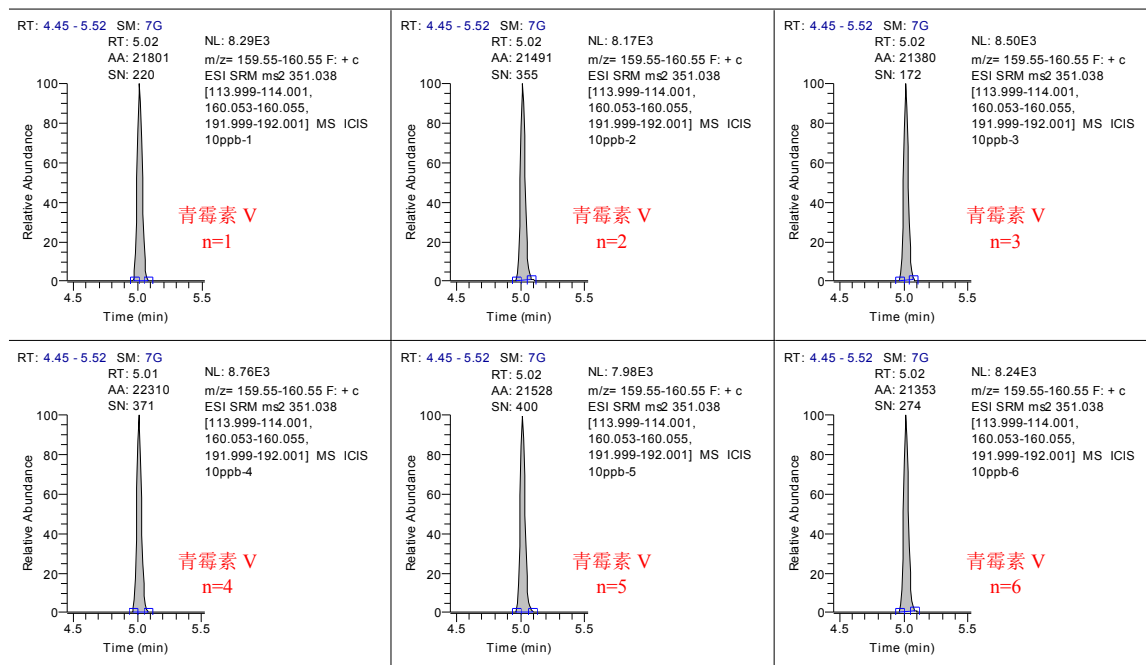


图 3: 青霉素 V 提取离子流图 (n=6)

	青霉素 G	氨苄西林	青霉素 V	阿莫西林	苯唑西林	萘夫西林	氯唑西林	双氯西林	哌嗪西林
Mean	28167	470156	21644	56723	9406	115259	12686	8094	77548
RSD%	4.03	1.07	1.68	1.72	3.41	2.51	4.21	2.71	1.16

表 4. 9 种青霉素类化合物峰面积及 RSD%

结论

本文建立了三重四极杆液质联用仪 (TSQ Quantis) 分析 9 种青霉素类抗生素的检测方法。由实验结果可以看出，基于 Thermo Fisher TSQ Quantis 建立的检测方法具有优

异的灵敏度和线性范围，可用于青霉素类抗生素的日常分析检测。



赛默飞
官方微信



赛默飞色谱
和质谱中国

热线 800 810 5118
电话 400 650 5118
www.thermofisher.com

ThermoFisher
SCIENTIFIC