

全新一代三重四极杆液质联用仪 TSQ Quantis 在氨基糖苷类抗生素残留检测中的应用

先有其、彭毅候、黄浩然

赛默飞世尔科技（中国）有限公司色谱质谱部

摘要

本实验建立了 GB/T 21323-2007 中链霉素、双氢链霉素、新霉素、丁胺卡那霉素、妥布霉素、庆大霉素、硫酸卡那霉素、潮霉素 B、壮观霉素等 9 种氨基糖苷类抗生素的高效液相色谱 - 串联质谱 (HPLC-MS/MS) 检测方法。使用 SIELC Obelisc R 色谱柱对液相色谱流动相以及质谱条件进行了优化。结果表明 9 种氨基糖苷类抗生素都有极好的保留与分离能力，该方法简便、灵敏、准确，可用于多种氨基糖苷类抗生素的同时检测。

关键词

TSQ Quantis, 氨基糖苷类化合物, GB/T 21323-2007

引言

氨基糖苷类抗生素 (aminoglycosides, AGs) 是一种由氨基糖与氨基环醇通过氧桥连接而成的苷类抗生素药物, AGs 对多种革兰氏阳性菌和革兰氏阴性菌都具有显著的抗菌效果, 可以有效抑制细菌的生长和繁殖, 是目前我国畜牧业、农业和水产业中常用的兽药之一, 也常

添加到饲料中促进动物生长发育。AGs 药物具有耳毒性和肾毒性等毒副作用, 人类长期食用残留超标的畜产品将直接造成伤害。为了保障食品安全, 欧盟明确规定禁止将 AGs 药物作为畜禽促生长添加剂使用, 美国食品药品监督管理局 (FDA) 及许多国家和机构针对该类药物在食品中的残留都规定了明确的最大残留限量, 近年来我国也加强了对动物源食品中该类药物的残留监控。

由于此类物质极性较强, 使用普通 C18 色谱柱无保留能力弱, 所以目前按 GB/T 21323-2007 在检测此类物质时需要添加离子对试剂七氟丁酸 (HFBA), 七氟丁酸属于强酸, 在系统内的残留严重, 其具有强的离子抑制作用, 尤其是对负离子化合物的检测灵敏度影响极大, 所以一旦使用了此类离子对试剂后需要长时间冲洗整个系统, 耗时耗力。本文采用 SIELC Obelisc R 色谱柱, 因其同时具备离子交换和疏水相互作用, 所以无需使用离子对试剂也能达到极好的保留与分离能力, 再结合新一代三重四极杆 TSQ Quantis 质谱系统, 实现高灵敏度、准确度与重现性。

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

液相色谱方法

色谱柱: Obelisc™ R (150 × 2.1 mm, 5 μm)

柱温: 30°C

进样量: 20 μL

流动相 A: 0.5% 甲酸水, B: 乙腈

流速: 0.3ml/min

表 1. 梯度洗脱程序

Time (min)	A%	B%
0.0	5	95
1.0	5	95
5	95	5
7.0	95	5
7.5	5	95
12.0	5	95

质谱参数

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: 4000 V; 鞘气压力: 35 Arb; 辅助气压力: 6 Arb; 蒸发温度: 450 °C; 离子传输管温度: 350°C

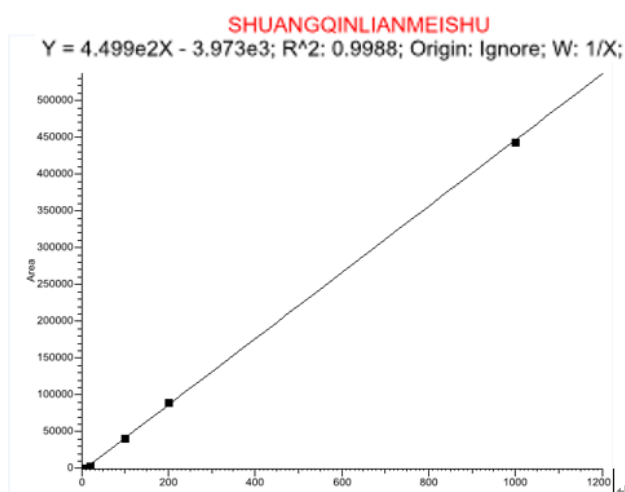
表 2. 化合物离子对信息

名称	母离子	RF-lens	子离子	碰撞能
壮观霉素	351.1	160	333.1	22
			*207	23
链霉素	582.3	158	*263.0	33
			407.1	30
双氢链霉素	584.3	143	*263.0	31
			246.1	38
潮霉素 B	528.2	100	*352.0	23
			177.0	29
丁胺卡那霉素	586.3	93	*425.1	26
			264.0	19
硫酸卡那霉素	485.2	80	*163.0	25
			324.0	16
妥布霉素	468.3	74	*163.1	23
			324.1	21
庆大霉素 C1	478.3	66	*322.0	14
			157.0	21
新霉素	615.3	105	163.1	35
			*161.1	31

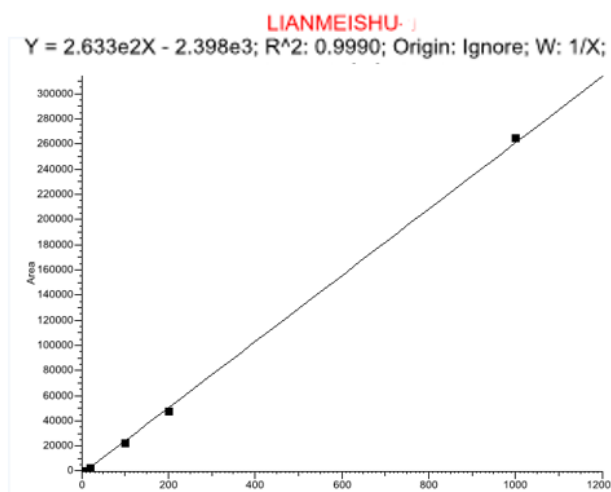
注: 标 “*” 为定量子离子

结果与讨论

采用上述仪器分析方法, 本文建立了三重四极杆液质联用仪 (TSQ Quantis) 分析 9 种氨基糖苷类抗生素的检测方法, 标准曲线 (0.5ppb, 1ppb, 5ppb, 10ppb, 50ppb) 见图 1, 定量限表 3, 提取离子色谱图见图 2, 重复性见图 3, 由实验结果可以看出, 基于 Thermo Fisher TSQ Quantis 建立的检测方法具有良好的保留与分离能力, 优异的灵敏度和线性, 无需使用离子对试剂, 简单高效, 可用于氨基糖苷类抗生素的日常分析检测。



双氢链霉素标准曲线



链霉素标准曲线

图 1: 标准曲线

表 3.9 种化合物定量限

化合物	保留时间	定量限
壮观霉素	4.29	1ppb
链霉素	4.57	0.5ppb
双氢链霉素	4.59	0.5ppb
潮霉素 B	4.67	0.5ppb
丁胺卡那霉素	5.03	1ppb
硫酸卡那霉素	5.27	1ppb
妥布霉素	6.05	10ppb
庆大霉素 C1	6.09	50ppb
新霉素	6.51	50ppb

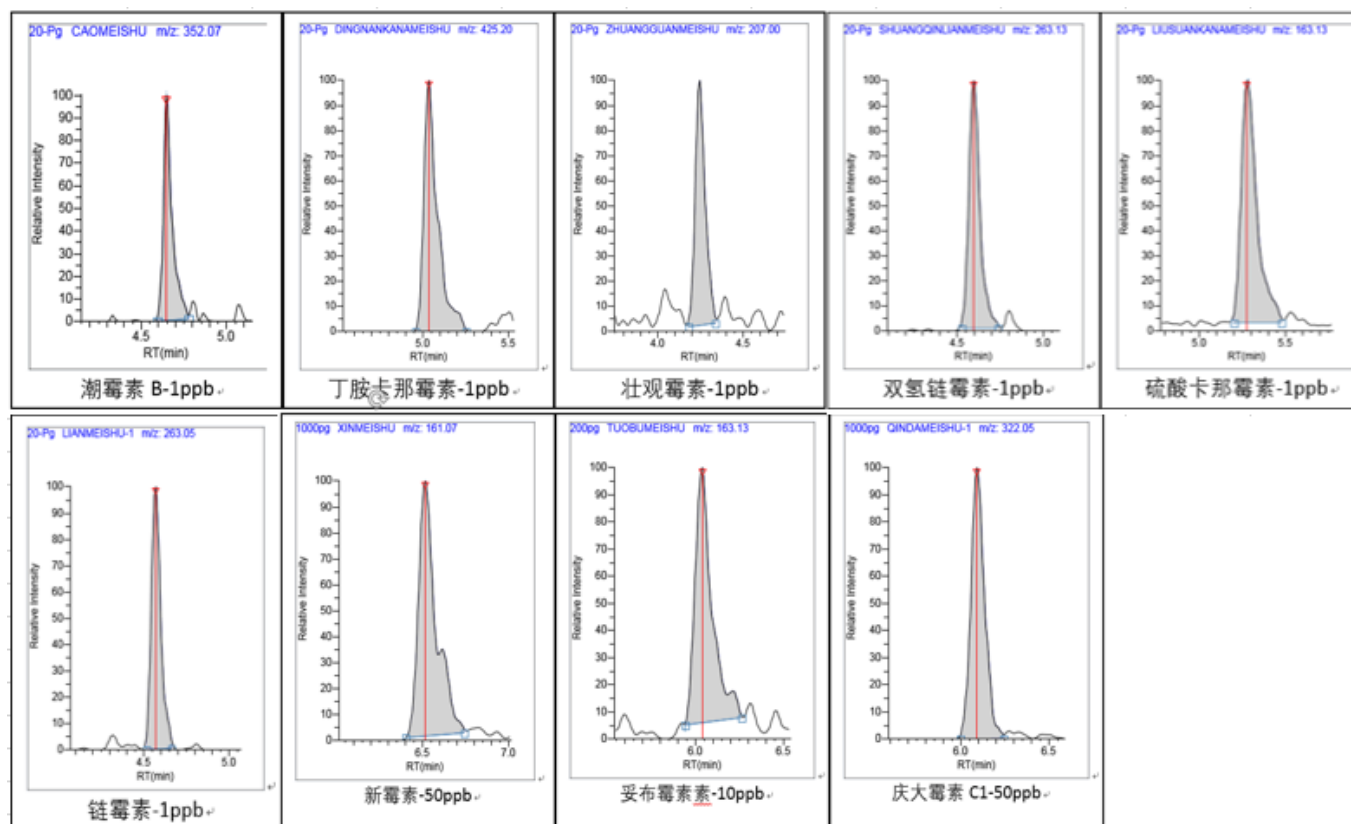
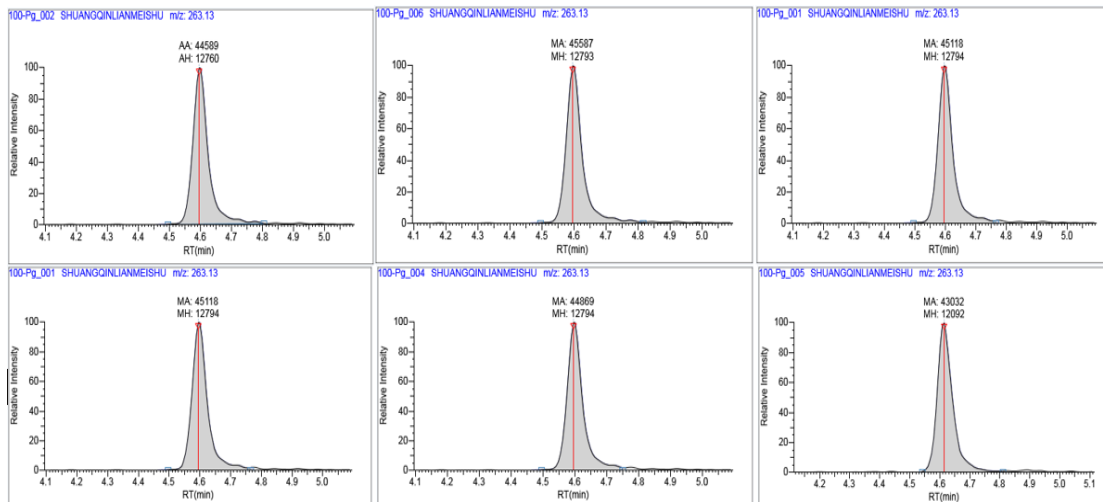


图 2.9 种化合物提取离子色谱图



Filename	Area	%RSD
100-Pg_001	45118	2.32
100-Pg_002	44589	2.32
100-Pg_003	43277	2.32
100-Pg_004	44869	2.32
100-Pg_005	43032	2.32
100-Pg_006	45587	2.32

图 3. 100pg 双氢链霉素连续进样 6 次, RSD=2.32



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