

全新一代三重四极杆液质联用仪 TSQ Quantis 针对硝基呋喃类药物残留检测中的应用

吕辰 王伟 郭藤 高梦婕

赛默飞世尔科技（中国）有限公司色谱质谱部

摘要

本文在赛默飞全新液相色谱串联三重四极杆质谱 TSQ Quantis 平台针对国标 GB/T 21311-2007《动物源性食品中硝基呋喃类药物代谢物建立了快速检测方法》建立了快速检测方法。4 种硝基呋喃类代谢物在其适宜的浓度范围内线性关系良好 ($r^2 > 0.99$)，LOD 及 LOQ 均能满足国标规定的检测要求，运用本方法对动物源性食品中硝基呋喃类药物残留检测具有深远的指导意义。

关键词

硝基呋喃，TSQ Quantis，药物残留

1. 引言

硝基呋喃类代谢物属于一种人工合成的广谱抗菌药物，它主要包括呋喃唑酮、呋喃西林、呋喃妥因和呋喃它酮等。硝基呋喃类由于具有杀菌性而被广泛应用于畜禽和水产等动物传染病预防与治疗。该类药物半衰期短，在动物体内代谢速度快，与蛋白结合的代谢物产生稳定的残留，形成的代谢产物 3-氨基 2-噁唑烷酮 (AOZ)、3-氨基 5-吗啉代甲基 2-噁唑烷酮 (AMOZ)、氨基脲 (SEM)、1-氨基乙内酰胺 (AHD) 均可使动物发生癌变和基因突变，人类长期使用可对其健康产生危害。

本文建立了基于 Thermo Fisher Scientific TSQ Quantis 三重四极杆串联质谱仪针对硝基呋喃类药物的检测方法。本方法灵敏度高，稳定性好，远远满足国标 GB/T 21311-2007《动物源性食品中硝基呋喃类药物代谢物建立了快速检测方法》中所规定的检测要求，可为食品安全监控提供有效技术支持。

2. 实验部分

2.1 仪器与试剂

- 2.1.1 Thermo Fisher Vanquish Binary Horizon 超高效液相色谱仪
- 2.1.2 Thermo Fisher TSQ Quantis 三重四极杆质谱仪
- 2.1.3 甲醇（色谱纯，美国 Thermo Fisher 公司）；实验用水为 Milli-Q 去离子水；甲酸铵（色谱纯，SIGMA）
- 2.1.4 硝基呋喃类 4 种代谢物标准品均购自德国 Dr.Ehrenstrofer 公司

2.2 化合物信息及溶液配制

2.2.1 4种硝基咪唑类药物代谢物信息 (表1)

表1. 化合物信息

Table1. Compounds information

化合物信息表				
中文名	英文名	CAS	分子式	分子量
咪唑啉酮	2-NP-AOZ	19687-73-1	C ₁₀ H ₉ N ₃ O ₄	235.06
咪唑妥因	2-NP-AHD	623145-57-3	C ₁₀ H ₈ N ₄ O ₄	248.05
咪唑西林	2-NP-SCA	16004-43-6	C ₈ H ₈ N ₄ O ₃	208.06
咪唑它酮	2-NP-AMOZ	183193-59-1	C ₁₅ H ₁₈ N ₄ O ₅	334.13

2.2.2 储备液: 分别精确称取 10 mg (0.01) 标准品粉末, 溶解于 10 mL 甲醇中

2.2.3 系列标准曲线: 以 50: 50 甲醇水作为溶剂, 稀释成系列标准曲线 0.001 ng/mL-100 ng/mL

2.3 色谱条件

色谱柱: Thermo Hypersil GOLD VANQUISH (1.9 μm, 50 x 2.1 mm);

柱温: 40 °C;

进样量: 5 μL;

流动相: A 为水 (含 2 mmol/L HCOONH₄), B 为甲醇, 梯度洗脱程序 (表 2)

表2. 梯度洗脱程序

Table 2 Gradient Elution Program

时间	A	B	流速
0.00	80	20	0.25
0.50	40	60	0.25
1.50	5	95	0.25
3.00	5	95	0.25
4.50	80	20	0.25
5.00	80	20	0.25

2.4 质谱条件

可加热电喷雾电离源 (HESI), 正离子扫描模式; 扫描方式: SRM; 喷雾电压 (+): 3700 V; 离子传输管温度: 250 °C; 鞘气压力 30 arb; 辅助气压力 3 arb; 离子源温度: 385 °C; 碰撞气压力: 2 mTorr; 选择反应监测离子对信息见表 3。

表3. 4种化合物及质谱采集参数

Table 3 MS/MS parameters of 4 compounds

化合物	母离子 (m/z)	RF Lens 电压 (V)	子离子 (m/z)	碰撞能量 (V)
2-NP-AMOZ	236.01	136	133.98*	13
			104	21
2-NP-AHD	249.01	142	133.98*	12
			103.97	21
2-NP-SCA	209.01	110	191.98*	12
			166.05	10
2-NP-AOZ	335.06	135	291.05*	12
			262.12	17

注: 带 * 的为定量离子

3. 实验结果与讨论

3.1 灵敏度测试

采用上述仪器分析方法, 4种硝基咪唑类药物代谢物在 5 分钟内均可获得良好的色谱峰, 图 1 为 4种硝基咪唑类药物代谢物在 LOQ (50 pg/mL) 处的选择离子流提取图, 各化合物灵敏度测试结果见表 4。

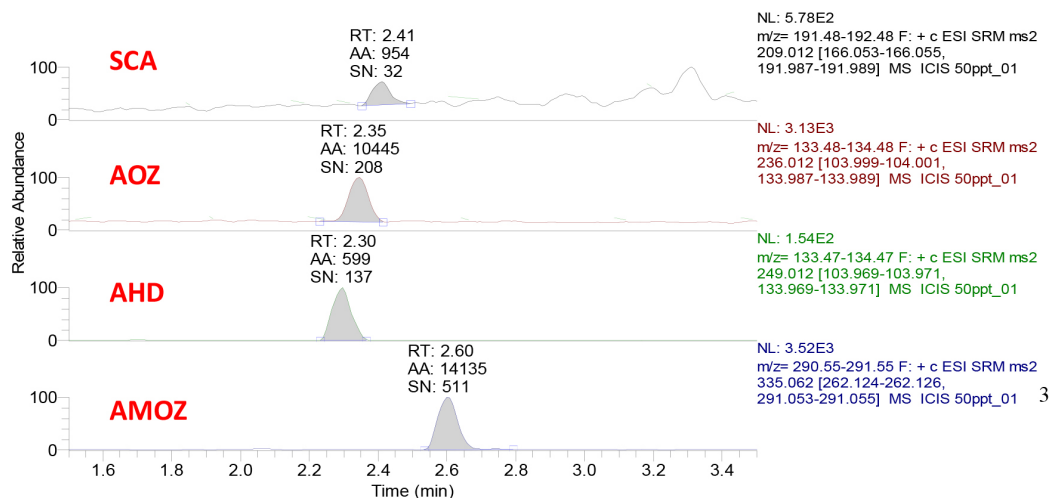


图 1. 4种化合物的色谱图 (LOQ 50 pg/mL)

Fig.1 EIC Chromatogram of 4 Compounds (LOQ 50 pg/mL)

3.2 线性范围测试

采用上述仪器分析方法，对4种硝基咪唑类代谢物进行线性范围测试，线性相关系数 r^2 均大于0.99，线性关系良好。4种硝基咪唑类代谢物线性范围、线性相关系数、LOD (S/N>3) 及 LOQ (S/N>10) 结果见表4，化合物线性方程图见图2。

3.3 相对标准偏差 RSD 性能展示

采用上述仪器分析方法，对4种硝基咪唑类代谢物进行相对标准偏差测试 (1 ng/mL n=20)，实验结果证明4种硝基咪唑类代谢物相对标准偏差 RSD% 均小于5% (见表4)

表 4. 4 种化合物的线性范围、线性相关系数及 LOD、LOQ、RSD

Table 4 Linear Ranges, correlation coefficients, LOD, LOQ, RSD of 4 compounds

化合物	线性范围 (ng/mL)	相关系数 (r^2)	LOD (pg/mL)	LOQ (pg/mL)	RSD% (n=20)
2-NP-SCA	0.05-100	0.9914	10	50	4.39
2-NP-AOZ	0.01-100	0.9996	5	50	2.09
2-NP-AHD	0.01-100	0.9911	5	50	3.17
2-NP-AMOZ	0.005-100	0.9997	1	50	2.14

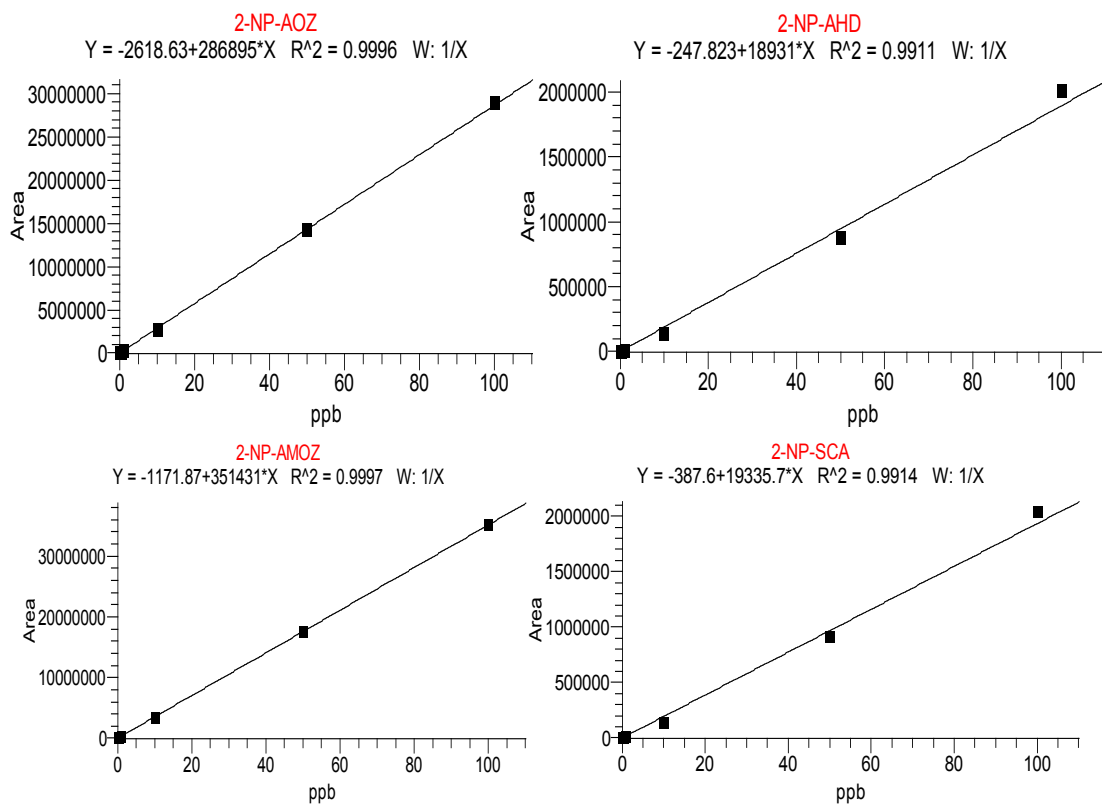


图 2. 4 种化合物线性方程图

Fig.2 Linear Ranges, Linear equations and correlation coefficients

4. 总结

本文建立了三重四极杆液质联用仪 (TSQ Quantis) 分析 4 种硝基咪唑类代谢物的检测方法。由实验结果可以看出，

基于 Thermo Fisher TSQ Quantis 建立的检测方法不仅具有优异的灵敏度和线性范围，同时具备优异的重现性。本方法可用于硝基咪唑类药物的日常分析检测。



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