

有机肥料中19种兽药残留的测定

Determination of 19 types of Veterinary medicines in Organic Fertilizer by High Performance Liquid Chromatography-Mass Spectrometry

张景然, 孙小杰, 刘冰洁, 郭立海
Zhang Jingran, Sun Xiaojie, Liu Bingjie, Guo Lihai

SCIEX China

Key Words : SCIEX Triple Quad; Veterinary medicines; Organic fertilizer

引言

有机肥料是我国在农业生产中使用的传统肥料,也是我国农业生产中的一类重要肥料,特别是随着近年来绿色农业的快速发展,有机肥料越来越受到青睐。有机肥料的推广和使用不仅是提高农业生产力的重要措施,也是社会主义新农村建设的重要内容。传统有机肥料多以人畜粪便加工而成,人畜体内不能被代谢吸收的抗生素会随粪便排泄出来,并随着有机肥料的使用,有可能对农业生产环境和农产品再次造成污染,因此需要对有机肥料中的抗生素进行监测测定。

《有机肥料中19种兽药残留量的测定 液相色谱串联质谱法》(GB/T 40462-2021)已于2021年8月20日正式发布,并于2022年3月1日开始实施。本方案采用SCIEX Triple Quad™液质联用系统,建立了有机肥料中19种兽药残留的检测方法,该方法具有以下特点:

1. 灵敏度高,低于标准的定量限要求;
2. 分析效率高,一针进样只需9分钟即可完成19种兽药检测;
3. 方法匹配性高,前处理方法依照新国标方法,无需修改,拿来即用;
4. 抗基质干扰能力强:SCIEX Turbo V™离子源具有强大的抗基质干扰能力,减少仪器的维护频次。

仪器设备

SCIEX ExionLC™ 系统 + SCIEX Triple Quad™ 液质联用系统



样品前处理:



色谱方法:

色谱柱: Luna Omega Polar C18 (1.6 μm , 2.1 \times 100 mm) ;

流动相A: 0.1%甲酸水溶液;

流动相B: 甲醇;

梯度洗脱: 详见表1;

流速: 0.3 mL/min;

柱温: 40 $^{\circ}\text{C}$;

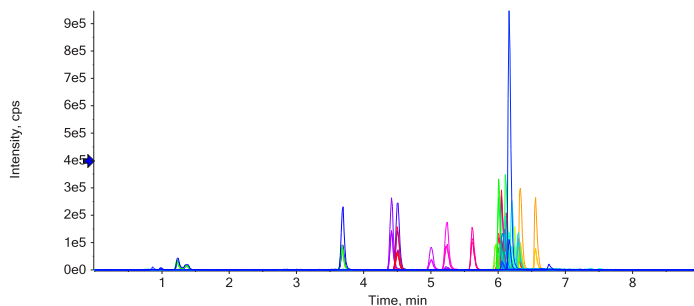


图1 19种兽药残留的提取离子流色谱图

表1 流动相梯度条件

Time (min)	A%	B%
0	95	5
1	95	5
3	80	20
4	80	20
4.5	70	30
5.5	30	70
6.9	30	70
7	95	5
9	95	5

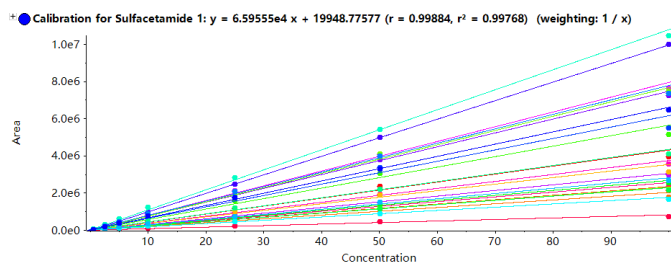


图2 有机肥料中19种兽药残留的校准曲线

关线性曲线见图2, 如图所示, 所有化合物相关系数 $r^2 > 0.997$, 方法从低浓度点到高浓度点均具有良好的准确度。

质谱方法:

扫描方式: 多反应监测 (MRM)

离子源: ESI正离子模式

离子源参数:

IS电压: 2000 V

气帘气 CUR: 30 psi

雾化气 GAS1: 60 psi

辅助加热器 GAS2: 60 psi

源温度 TEM: 600 $^{\circ}\text{C}$

碰撞气 CAD: Medium

MRM离子对信息详见附表

实验结果

1. 方法线性范围

使用空白有机肥料基质配置0.5~100 ng/mL基质标准曲线, 相

2. 回收率与精密度

使用有机肥料空白基质加标实验考察方法回收率与精密度, 实验结果表明, 19种兽药的回收率在88%-107%之间, RSD < 8%, 满足检测要求, 具体结果详见表2。

总结

本实验在SCIEX Triple Quad™ 液质联用系统上, 建立了有机肥料中19种兽药残留的检测方法, 前处理方法依照新国标GB/T 40462-2021, 灵敏度高, 重现性好, 操作简便, 拿来即用, 满足标准种的相关要求, 可用于有机肥料中兽药残留分析检测。

参考文献

- [1] 《有机肥料中19种兽药残留量的测定 液相色谱串联质谱法》 (GB/T 40462-2021)

表2 有机肥料加标回收试验结果 (n=6)

名称	加标浓度: 5 µg/Kg		加标浓度: 50 µg/Kg	
	平均回收率%	RSD %	平均回收率%	RSD %
金刚烷胺	101.87	3.98	90.97	2.02
磺胺吡啶	99.12	6.08	95.41	2.92
磺胺哒嗪	99.75	4.31	94.95	1.83
磺胺甲恶唑	99.56	2.87	94.91	0.98
磺胺噻唑	106.23	7.40	93.00	2.21
磺胺甲基嘧啶	97.86	5.70	89.99	1.61
磺胺二甲异恶唑	93.24	6.10	94.22	2.20
磺胺甲噻二唑	93.23	6.67	91.34	2.85
磺胺二甲嘧啶	94.90	3.88	94.00	2.27
磺胺-6-甲氧嘧啶	91.24	7.98	89.06	1.13
磺胺对甲氧嘧啶	91.59	4.04	105.59	2.86
磺胺甲氧哒嗪	90.83	2.10	88.36	1.80
磺胺氯哒嗪	89.35	3.23	89.80	1.46
磺胺邻二甲氧嘧啶	95.01	7.11	88.38	1.31
磺胺间二甲氧嘧啶	101.07	6.01	90.25	2.86
诺氟沙星	101.99	7.66	95.45	2.85
环丙沙星	109.25	1.20	94.33	2.62
恩诺沙星	101.52	2.18	94.02	2.67
氧氟沙星	101.87	3.99	90.98	2.02

附录

19种兽药的MRM质谱离子对参数

名称	Q1	Q3	DP	CE
金刚烷胺	152	135	70	25
	152	93	70	38
磺胺吡啶	250.1	156	60	22
	250.1	108	60	38

名称	Q1	Q3	DP	CE
磺胺哒嗪	251.1	156	60	22
	251.1	92	60	36
磺胺甲恶唑	254.1	156	60	22
	254.1	92	60	35
磺胺噻唑	256.1	156.1	60	21
	256.1	92	60	35
磺胺甲基嘧啶	265.1	156.1	60	24
	265.1	92	60	40
磺胺二甲异恶唑	268.1	156.1	70	16
	268.1	92	70	36
磺胺甲噻二唑	271	156.1	30	15
	271	92	30	36
磺胺二甲嘧啶	279.1	186	60	23
	279.1	92	60	41
磺胺-6-甲氧嘧啶	281.1	156.1	60	22
	281.1	92	60	41
磺胺对甲氧嘧啶	281.1	156.1	60	22
	281.1	92	60	41
磺胺甲氧哒嗪	281.1	156.1	60	22
	281.1	92	60	41
磺胺氯哒嗪	285.1	156	60	24
	285.1	92	60	41
磺胺邻二甲氧嘧啶	311	156	80	26
	311	92	80	41
磺胺间二甲氧嘧啶	311	156	80	26
	311	92	80	41
诺氟沙星	320.1	276.1	100	23
	320.1	233.1	100	35
环丙沙星	332.1	288.1	100	26
	332.1	314.1	100	27
恩诺沙星	360.1	316.1	100	28
	360.1	245	100	36
氧氟沙星	362.1	318.2	107	27
	362.1	261.1	107	39

SCIEX临床诊断产品线仅用于体外诊断。仅凭处方销售。这些产品并非在所有国家地区都提供销售。获取有关具体可用信息，请联系当地销售代表或查阅<https://sciex.com.cn/diagnostics>。所有其他产品仅用于研究。不用于临床诊断。本文提及的商标和/或注册商标，也包括相关的标识、标志的所有权，归属于AB Sciex Pte. Ltd. 或在美国和/或某些其他国家地区的各权利所有人。

© 2022 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. RUO-MKT-02-15161-ZH-A



SCIEX中国

北京分公司
北京市朝阳区酒仙桥中路24号院
1号楼5层
电话: 010-5808-1388
传真: 010-5808-1390
全国咨询电话: 800-820-3488, 400-821-3897

上海公司及中国区应用支持中心
上海市长宁区福泉北路518号
1座502室
电话: 021-2419-7201
传真: 021-2419-7333
官网: sciex.com.cn

广州办公室
广州国际生物岛星岛环北路1号
B2栋501、502单元
电话: 020-8842-4017
官方微信: [SCIEX-China](https://www.sciex.com.cn)