

SCIEX液质联用技术检测豆芽、豆制品、火锅及麻辣烫底料中喹诺酮类、磺胺类、硝基咪唑类、四环素类化合物

Determination of Quinolone, Sulfonamide, Nitroimidazole and Tetracycline compounds in Bean sprouts, Bean products, Hot pot and Spicy hot pot base by SCIEX LC-MS/MS method

李志远, 孙小杰, 杨总, 刘冰洁

Li Zhiyuan, Sun Xiaojie, Yang Zong, Liu Bingjie

SCIEX China

Key words: Quinolone, Sulfonamide, Nitroimidazole;

应用背景

豆芽、豆制品作为我国居民日常饮食中不可或缺的植物性食材, 火锅及麻辣烫底料作为风味餐饮的核心配料, 其消费量巨大、受众广泛, 其食品安全直接关系到全民身体健康。但在生产、加工及流通环节, 部分不法生产者追求产量、延长保质期、掩盖原料劣变或提升风味稳定性, 违规添加喹诺酮类、磺胺类、硝基咪唑类、四环素类化合物, 其中, 喹诺酮类化合物可能导致胃肠道不适、头痛、头晕, 还会影响软骨发育, 未成年人需慎用, 长期摄入可能引发肌腱炎、肌腱断裂等问题; 四环素类化合物可导致牙齿变色、骨骼发育异常, 孕妇、儿童禁用, 还可能引起胃肠道不适、肝损害等不良反应; 磺胺类化合物易引发过敏反应、结晶尿、血尿, 长期摄入会损害肝肾功能、抑制骨髓造血功能; 硝基咪唑类化合物常见胃肠道反应, 还可能引起头痛、眩晕及双硫仑样反应, 孕期摄入还存在潜在神经毒性, 影响胎儿神经系统发育。更值得警惕的是, 长期摄入此类非法添加化合物, 还会导致人体细菌耐药性增强, 扰乱体内微生态平衡, 增加后续疾病治疗难度, 存在潜在致癌、致畸风险。

这些化合物均属于临床常用抗菌药物, 被非法用于食品及食品配料中, 已成为扰乱食品市场秩序、威胁消费者健康的突出安全隐患。国家市场监督管理总局发布的食品补充检验方法 BJS 202310《豆芽、豆制品、火锅及麻辣烫底料中喹诺酮类、磺

胺类、硝基咪唑类、四环素类化合物的测定》食品补充检验方法(代替BJS 201909), 已明确将此类化合物纳入豆芽、豆制品、火锅及麻辣烫底料的重点检测范围, 进一步凸显了此类非法添加行为的监管紧迫性。本次检测涵盖42种目标化合物, 其中喹诺酮类14种(含环丙沙星、达氟沙星、恩诺沙星等)、磺胺类19种(含磺胺嘧啶、磺胺甲恶唑、甲氧苄啶等)、硝基咪唑类5种(含甲硝唑、地美硝唑、罗硝唑等)、四环素类4种(四环素、金霉素、土霉素、多西环素)。

本研究基于SCIEX液质联用系统, 建立豆芽、豆制品、火锅及麻辣烫底料中喹诺酮类、磺胺类、硝基咪唑类、四环素类化合物的LC-MS/MS检测方法, 满足BJS 202310检测需求。

实验方法

色谱条件:

A相: 水+0.2%甲酸

B相: 乙腈+0.2%甲酸

色谱柱: Luna Omega Polar C18, 3.0 μm , 100 \times 2.1 mm

流速: 0.50 mL/min

进样量: 10 μl

梯度洗脱程序如下:

Time [min]	B.Conc [%]
0	2
4	20
9	30
11	98
12	98
12.1	2
15	2

质谱条件：MRM离子对信息见表1

离子源参数

Curtain gas (psi): 35	CAD gas: 9
ionspray voltage (V): 5500	Temperature(°C): 550
Ion source gas1 (psi): 55	Ion source gas2 (psi): 60

样品制备

参考BJS 202310《豆芽、豆制品、火锅及麻辣烫底料中喹诺酮类、磺胺类、硝基咪唑类、四环素类化合物的测定》中前处理方法进行样品前处理。

结果展示

1.典型色谱图（见图1）

2.线性范围

将空白样品经过前处理提取，得到空白基质，应用空白基质配标。用空白基质配置浓度在1-50 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 的标准曲线。结果表明，42种化合物线性关系良好， r^2 值均大于0.99，且各浓度点准确度均在80-120%间，可保证不同浓度水平样品的准确定量。数据表明，该方法的灵敏度高于标准中的检出限超过5倍，远满足实际灵敏度需求。

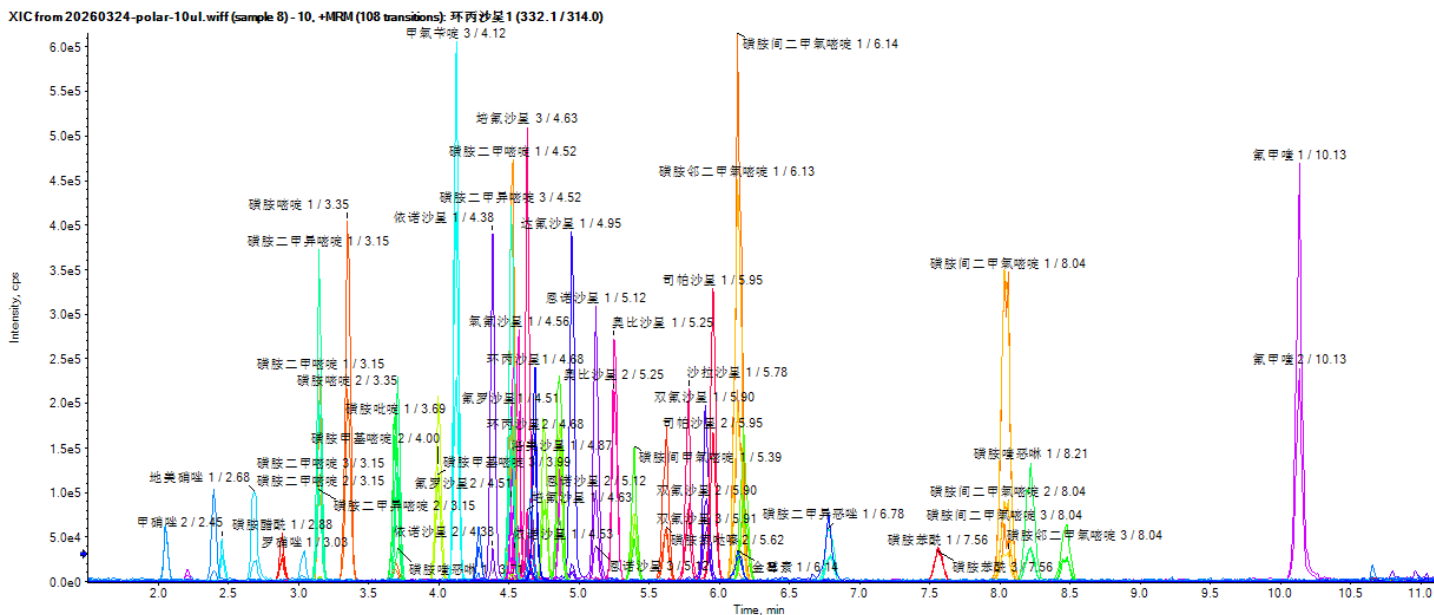


图1. MRM扫描模式下的提取离子流色谱图（42种）。

表1 MRM离子对信息 (42种)

Group ID	Compound ID	Q1 mass	Q3 mass	DP	CE
环丙沙星	环丙沙星 1	332.1	314	80	30
环丙沙星	环丙沙星 2	332.1	231	80	50
达氟沙星	达氟沙星 1	358.1	340.1	77	30
达氟沙星	达氟沙星 2	358.1	82	77	50
达氟沙星	达氟沙星 3	358.1	314.1	77	24
双氟沙星	双氟沙星 1	400.1	382	80	29
双氟沙星	双氟沙星 2	400.1	356.1	80	28
双氟沙星	双氟沙星 3	400.1	299.1	80	41
依诺沙星	依诺沙星 1	321	303	80	24
依诺沙星	依诺沙星 2	321	234	80	30
恩诺沙星	恩诺沙星 1	360	342	80	27
恩诺沙星	恩诺沙星 2	360	316.1	80	25
恩诺沙星	恩诺沙星 3	360	245.1	80	35
氟罗沙星	氟罗沙星 1	370	326.1	80	27
氟罗沙星	氟罗沙星 2	370	269.2	80	35
氟甲喹	氟甲喹 1	262.1	244.1	77	23
氟甲喹	氟甲喹 2	262.1	202.1	77	42
洛美沙星	洛美沙星 1	352	308.1	80	28
洛美沙星	洛美沙星 2	352	265	80	33
诺氟沙星	诺氟沙星 1	320.1	302	80	27
诺氟沙星	诺氟沙星 2	320.1	231	80	35
诺氟沙星	诺氟沙星 3	320.1	276.1	80	26
诺氟沙星	诺氟沙星 4	320.1	233.1	80	35
氧氟沙星	氧氟沙星 1	362.2	318.1	80	26
氧氟沙星	氧氟沙星 2	362.2	261.1	80	38
奥比沙星	奥比沙星 1	396	352	80	24
奥比沙星	奥比沙星 2	396	295.2	80	32
培氟沙星	培氟沙星 1	334.1	290.2	80	25
培氟沙星	培氟沙星 2	334.1	233	80	35
培氟沙星	培氟沙星 3	334.1	316.1	80	27
沙拉沙星	沙拉沙星 1	386	368	80	29
沙拉沙星	沙拉沙星 2	386	342.3	80	25
沙拉沙星	沙拉沙星 3	386	299	80	38

Group ID	Compound ID	Q1 mass	Q3 mass	DP	CE
司帕沙星	司帕沙星 1	393	349.2	80	30
司帕沙星	司帕沙星 2	393	292	80	38
磺胺苯酰	磺胺苯酰 1	277.1	156	60	19
磺胺苯酰	磺胺苯酰 2	277.1	92	60	38
磺胺苯酰	磺胺苯酰 3	277.1	108	60	32
磺胺醋酰	磺胺醋酰 1	215	156	52	17
磺胺醋酰	磺胺醋酰 2	215	92	52	38
磺胺醋酰	磺胺醋酰 3	215	108	52	29
磺胺氯吡嗪	磺胺氯吡嗪 1	285.1	156	65	22
磺胺氯吡嗪	磺胺氯吡嗪 2	285.1	92	65	38
磺胺氯吡嗪	磺胺氯吡嗪 3	285.1	108.1	65	37
磺胺嘧啶	磺胺嘧啶 1	251.1	156	40	22
磺胺嘧啶	磺胺嘧啶 2	251.1	92	40	38
磺胺间二甲氧嘧啶	磺胺间二甲氧嘧啶 1	311.1	156.1	70	28
磺胺间二甲氧嘧啶	磺胺间二甲氧嘧啶 2	311.1	92	70	38
磺胺间二甲氧嘧啶	磺胺间二甲氧嘧啶 3	311.1	218	70	28
磺胺二甲嘧啶	磺胺二甲嘧啶 1	279.1	186.1	60	23
磺胺二甲嘧啶	磺胺二甲嘧啶 2	279.1	92	60	38
磺胺二甲嘧啶	磺胺二甲嘧啶 3	279.1	156	60	27
磺胺邻二甲氧嘧啶	磺胺邻二甲氧嘧啶 1	311.1	156.1	70	30
磺胺邻二甲氧嘧啶	磺胺邻二甲氧嘧啶 2	311.1	92	70	38
磺胺邻二甲氧嘧啶	磺胺邻二甲氧嘧啶 3	311.1	108.1	70	70
磺胺甲基嘧啶	磺胺甲基嘧啶 1	265.2	156.1	82	25
磺胺甲基嘧啶	磺胺甲基嘧啶 2	265.2	92	82	38
磺胺甲基嘧啶	磺胺甲基嘧啶 3	265.2	172.1	82	25
磺胺对甲氧嘧啶	磺胺对甲氧嘧啶 1	281.1	156.1	70	25
磺胺对甲氧嘧啶	磺胺对甲氧嘧啶 2	281.1	92	70	38
磺胺对甲氧嘧啶	磺胺对甲氧嘧啶 3	281.1	108.1	70	35
磺胺甲噻二唑	磺胺甲噻二唑 1	271	156.1	65	21
磺胺甲噻二唑	磺胺甲噻二唑 2	271	92	65	38
磺胺甲噻二唑	磺胺甲噻二唑 3	271	108	65	36
磺胺甲基异恶唑	磺胺甲基异恶唑 1	254.1	156	65	22
磺胺甲基异恶唑	磺胺甲基异恶唑 2	254.1	92	65	38

表1 MRM离子对信息 (42种) (续)

Group ID	Compound ID	Q1 mass	Q3 mass	DP	CE
磺胺甲基异恶唑	磺胺甲基异恶唑 3	254.1	108	65	36
磺胺间甲氧嘧啶	磺胺间甲氧嘧啶 1	281.1	156	75	25
磺胺间甲氧嘧啶	磺胺间甲氧嘧啶 2	281.1	126.1	75	30
磺胺苯吡唑	磺胺苯吡唑 1	315	156	90	27
磺胺苯吡唑	磺胺苯吡唑 2	315	92	90	38
磺胺苯吡唑	磺胺苯吡唑 3	315	108	90	40
磺胺吡啶	磺胺吡啶 1	250.1	156.1	40	23
磺胺吡啶	磺胺吡啶 2	250.1	92	40	38
磺胺吡啶	磺胺吡啶 3	250.1	108	40	32
磺胺喹恶啉	磺胺喹恶啉 1	301.1	156	80	24
磺胺喹恶啉	磺胺喹恶啉 2	301.1	92	80	38
磺胺喹恶啉	磺胺喹恶啉 3	301.1	108	80	36
磺胺噻唑	磺胺噻唑 1	256	156	40	22
磺胺噻唑	磺胺噻唑 2	256	92	40	38
磺胺噻唑	磺胺噻唑 3	256	108	40	32
磺胺二甲异噻唑	磺胺二甲异噻唑 1	279.1	124.1	80	30
磺胺二甲异噻唑	磺胺二甲异噻唑 2	279.1	92	80	38
磺胺二甲异噻唑	磺胺二甲异噻唑 3	279.1	186.1	80	23
磺胺二甲异恶唑	磺胺二甲异恶唑 1	268.1	156.1	82	22
磺胺二甲异恶唑	磺胺二甲异恶唑 2	268.1	92	82	38
磺胺二甲异恶唑	磺胺二甲异恶唑 3	268.1	113.2	82	25

Group ID	Compound ID	Q1 mass	Q3 mass	DP	CE
甲氧苄啶	甲氧苄啶 1	291.1	261	95	34
甲氧苄啶	甲氧苄啶 2	291.1	123.1	95	34
甲氧苄啶	甲氧苄啶 3	291.1	230.1	95	33
甲硝唑	甲硝唑 1	172	128	50	20
甲硝唑	甲硝唑 2	172	82	50	37
地美硝唑	地美硝唑 1	142	96	65	21
地美硝唑	地美硝唑 2	142	81	65	36
罗硝唑	罗硝唑 1	201	140	50	15
罗硝唑	罗硝唑 2	201	55	50	27
羟基甲硝唑	羟基甲硝唑 1	188	126	50	23
羟基甲硝唑	羟基甲硝唑 2	188	123	50	19
羟甲基甲硝咪唑	羟甲基甲硝咪唑 1	158	140	50	17
羟甲基甲硝咪唑	羟甲基甲硝咪唑 2	158	55	50	27
四环素	四环素 1	445.1	410	95	28
四环素	四环素 2	445.1	427	95	19
土霉素	土霉素 1	461.2	426.2	80	27
土霉素	土霉素 2	461.2	443.2	80	20
金霉素	金霉素 1	479.1	444	80	28
金霉素	金霉素 2	479.1	462	80	24
多西环素	多西环素 1	445	428	95	25
多西环素	多西环素 2	445	154	95	38

3. 重复性以及回收率

针对42种抗菌药物以食品为基质, 其浓度在1 µg/kg, 5.0 µg/kg, 20 µg/kg三浓度下进行加标回收率实验, 实际加标回收率在92.4%-110.7%范围之内。同时, 在三个浓度点下, 连续进样 (n=8) 考察方法的重复性, 所有化合物8次进样峰面积RSD%均在2.66%~3.88%范围之内, 展现了方法的可靠性以及仪器的耐受性。

4. 样品测试

针对某真实样品进行检测, 通过SCIEX OS软件对数据进行批量处理, 可直观的通过离子比率对化合物进行定性定量分析 (如图2)。

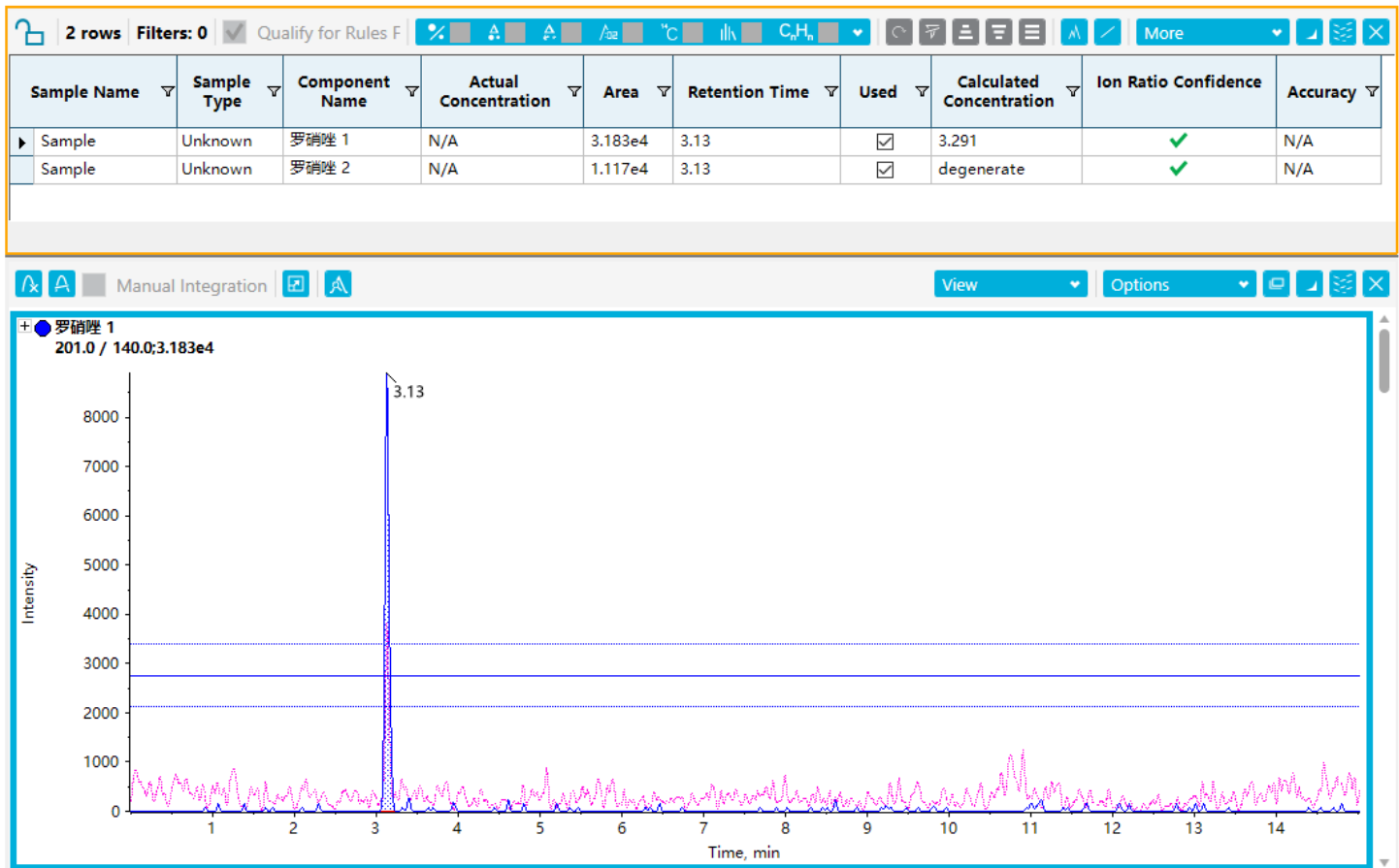


图2 SCIEX OS软件对实际样品进行处理界面展示：绿勾表示离子比率判定合格。

总结

本文应用通过SCIEX液质联用系统建立喹诺酮类、磺胺类、硝基咪唑类、四环素类等42种化合物的测定方法，一针进样仅需15 min，且灵敏度远高于标准要求，满足BJS 202310的检测需求。

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。

© 2026 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. MKT-38197-A



SCIEX中国

北京分公司
北京市昌平区生命科学园科学园路
18号院A座一层
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