QTRAP® 6500+系统直接进样法同时检测生活饮用水中57种抗生素

QTRAP® 6500+ system direct sampling method for simultaneous detection of 57 antibiotics in drinking water

李志远[1]，付晓燕[2]，孙小杰[1]，刘冰洁[1]，郭立海[1]

Li Zhiyuan[1], Fu Xiaoyan[2], Sun Xiaojie[1], Liu Bingjie[1], Guo Lihai[1]

[1] *SCIEX China,* [2] *辽宁省大连生态环境监测中心*

Key words: QTRAP® 6500+ system, antibiotics, drinking water, direct sampling

生活饮用水中抗生素检测难点

1. 抗生素种类繁多，性质又各不相同，同时检测可能存在一些问题，比如，四环素类化合物存在差向异构体；喹诺酮类化合物存在吸附现象等等。
2. 抗生素在环境水体中的含量很低（ng/L），需要浓缩。
3. 常规需要固相萃取法，缺点是难以兼顾种类性质各不相同的抗生素，且耗费时间较长。

QTRAP® 6500+系统直接进样法特点

1. QTRAP® 6500+系统灵敏度高，水样经过0.22 um微孔滤膜过滤后可直接进样。
2. QTRAP® 6500+系统配备IonDrive™ Turbo V™离子源，抗基质干扰能力强，生活饮用水、地表水、河流域水等均可以实现滤膜过滤后直接进样。
3. QTRAP® 6500+系统配备IonDrive™ High Energy 检测器，可实现5 ms超快速正负离子切换且不损失灵敏度，一针进样即可完成57种抗生素的检测。

实验方法

色谱条件：

A相：水+0.1甲酸

B相：乙腈+0.1甲酸

色谱柱：Proshell 120 EC-C18, 3×100 mm, 2.7 µm

流速：0.8 mL/min

大体积进样

质谱条件：（正负离子同时扫描）

离子源参数

Curtain gas (psi)：30

CAD gas：8

Ionspray voltage (V)：2500/-4500

Temperature(℃)：600

Ion source gas1 (psi)：45

Ion source gas2 (psi)：45

MRM离子对信息（共57种抗生素）见表1

标准曲线的制备

取50 mL水到50 mL离心管中，加入25 mg EDTA，再加入15 uL盐酸(36~38%)，制得水样的pH约为3，取该溶液逐级稀释获得标准曲线。

样品制备

取50 mL水样到50 mL离心管中，加入25 mg EDTA，再加入15 µL盐酸(36~38%)，制得水样的pH为3，样品经过滤膜过滤后，进样分析。

实验结果

1. 57种抗生素提取离子流色谱图展示：

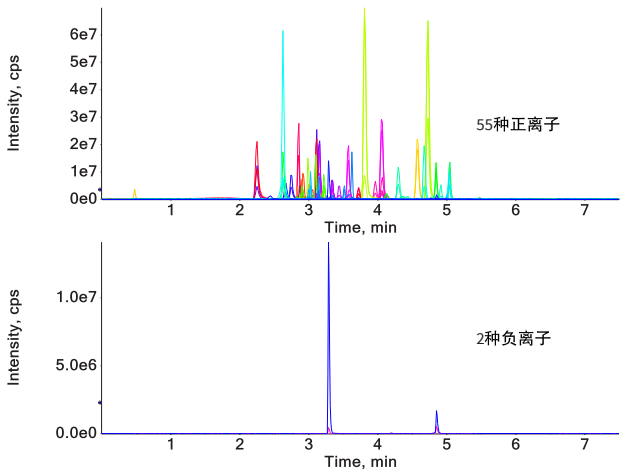

图1. 57种抗生素提取离子流色谱图

2. 标准曲线展示：采用大体积进样方式，57种抗生素的定量限均可达到ng/L水平。

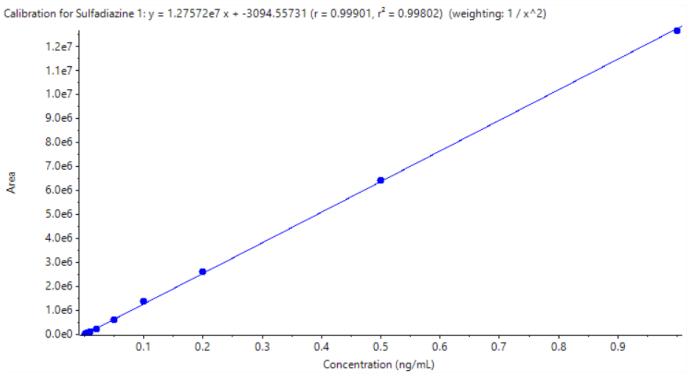

图2. 磺胺嘧啶标准曲线举例

3. 基质样品重现性考察：生活饮用水基质加标（0.05 μg/L），6针连续进样，57种抗生素峰面积的RSD值均在2%以内，如图3所示：

4. 基质干扰考察，相同浓度（0.05 μg/L）生活饮用水样品与纯溶剂样品进行对比，数据统计显示，57种抗生素基质抑制的百分比不超过13%，如图4所示：

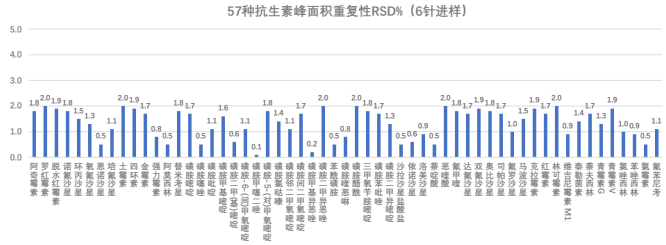

图3. 57种抗生素基质样品加标重现性统计

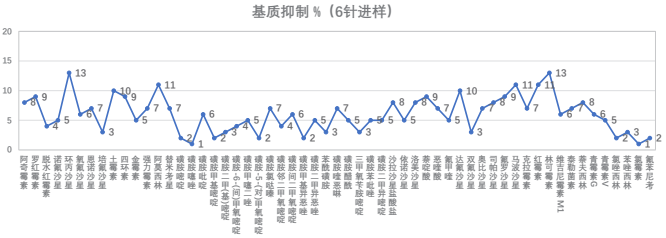

图4. 57种抗生素基质抑制统计

总结

1. 本文通过QTRAP® 6500+系统开发了一针进样分析生活饮用水中57种不同种类的抗生素的检测方法，包括大环内酯类、喹诺酮类、四环素类、氯霉素类、磺胺增效剂、磺胺类、β-内酰胺类，其中有55种为正离子，2种为负离子。QTRAP® 6500+系统配备IonDrive™ High Energy检测器，可以实现5 ms超快速的正负离子切换，并且不损失灵敏度。

2. 本方法采用的是高流速且大体积进样的方式，结合QTRAP® 6500+系统强大的定量能力，57种抗生素的定量限均可达到ng/L水平，可满足生活饮用水中抗生素检测的灵敏度需求。

4. 抗生素种类繁多，且性质各不相同，前处理一般会采用多种固相萃取法相结合才能完全覆盖，操作复杂，一般耗时可达几小时，并且回收率难以保证，本方法采用直接滤膜（0.22 μm）过滤法，前处理操作简单，1 min以内即可完成。

3. QTRAP® 6500+系统配备IonDrive™ Turbo V™离子源，抗基质干扰能力强，为直接进样法提供了可能，生活饮用水、地表水、河流域水等均可以实现滤膜过滤后直接进样。

表1 MRM离子对信息列表（共57种抗生素）

编号	中文名称	扫描方式	Q1	Q3	DP	CE
1	阿奇霉素	正离子	749.6	591.5	110	31
			749.6	116.1	110	70
2	罗红霉素	正离子	837.6	679.5	80	30
			837.6	158.1	80	41
3	脱水红霉素	正离子	716.6	558.4	100	23
			716.6	540.3	100	27
4	诺氟沙星	正离子	320.1	276.1	80	26
			320.1	233.1	80	35
5	环丙沙星	正离子	332.1	288.1	80	25
			332.1	314	80	30
6	氧氟沙星	正离子	362.2	318.1	80	26
			362.2	261.1	80	38
7	恩诺沙星	正离子	360	316.1	80	25
			360	245.1	80	35
8	培氟沙星	正离子	334.1	316.1	80	27
			334.1	290.2	80	25
9	土霉素	正离子	461.2	426.2	80	27
			461.2	443.2	80	20
10	四环素	正离子	445.1	410	95	28
			445.1	427	95	19
11	金霉素	正离子	479.1	444	80	28
			479.1	462	80	24
12	强力霉素	正离子	445	428	95	25
			445	154	95	38
13	阿莫西林	正离子	366.2	113.9	60	26
			366.2	208	60	19
14	替米考星	正离子	435.3	695.2	90	23
			435.3	522.3	90	31
15	磺胺嘧啶	正离子	251.1	156	40	22
			251.1	92	40	38
16	磺胺噻唑	正离子	256	156	40	22
			256	108	40	32
17	磺胺吡啶	正离子	250.1	156.1	40	23
			250.1	108	40	32
18	磺胺甲基嘧啶	正离子	265.2	156.1	82	25
			265.2	172.1	82	25
19	磺胺二甲(基)嘧啶	正离子	279.11	186.1	60	23
			279.11	156	60	27
20	磺胺-6-(间)甲氧嘧啶	正离子	281.1	156	75	25
			281.1	126.1	75	30
21	磺胺甲噻二唑	正离子	271	156.1	65	21
			271	108	65	36
22	磺胺-5-(对)甲氧嘧啶	正离子	281.1	156.1	70	25
			281.1	108.1	70	35
23	磺胺氯哒嗪	正离子	285.1	156	65	22
			285.1	108.1	65	37
24	磺胺邻二甲氧嘧啶	正离子	311.11	156.1	70	30
			311.11	108.1	70	70
25	磺胺间二甲氧嘧啶	正离子	311.1	156.1	70	28
			311.1	218	70	28
26	磺胺甲基异恶唑	正离子	254.1	156	65	22
			254.1	108	65	36
27	磺胺二甲异恶唑	正离子	268.1	156.1	82	22
			268.1	113.2	82	25
28	苯酰磺胺	正离子	277.1	156	60	19
			277.1	108	60	32
29	磺胺喹恶啉	正离子	301.1	156	80	24
			301.1	108	80	36
30	磺胺醋酰	正离子	215	156	52	17
			215	108	52	29
31	三甲氧苄胺嘧啶	正离子	291.1	230.1	95	33
			291.1	123.1	95	34
32	磺胺苯吡唑	正离子	315	156	90	27
			315	108	90	40
33	磺胺二甲异嘧啶	正离子	279.1	124.1	80	30
			279.1	186.1	80	23
34	沙拉沙星盐酸盐	正离子	386	342.3	80	25
			386	299	80	38
35	依诺沙星	正离子	321	303	80	24
			321	234	80	30
36	洛美沙星	正离子	352	265	80	33
			352	308.1	80	28
37	萘啶酸	正离子	233	215	68	18
			233	187	68	34
38	恶喹酸	正离子	262	244.1	70	26
			262	216.1	70	40
39	氟甲喹	正离子	262.1	244.1	77	23
			262.1	202.1	77	42
40	达氟沙星	正离子	358.1	340.1	77	30
			358.1	314.1	77	24

表1 MRM离子对信息列表（共57种抗生素）（续）

编号	中文名称	扫描方式	Q1	Q3	DP	CE
41	双氟沙星	正离子	400.1	356.1	80	28
			400.1	299.1	80	41
42	奥比沙星	正离子	396	352	80	24
			396	295.2	80	32
43	司帕沙星	正离子	393	349.2	80	30
			393	292	80	38
44	氟罗沙星	正离子	370	326.1	80	27
			370	269.2	80	35
45	马波沙星	正离子	363.1	320.1	80	23
			363.1	72	80	46
46	克拉霉素	正离子	748.5	590.4	40	29
			748.5	158.0	40	40
47	红霉素	正离子	734.5	576.4	30	26
			734.5	158.0	30	36
48	林可霉素	正离子	407.3	126.1	30	32
			407.3	359.2	30	27
49	维吉尼霉素 M1	正离子	526.2	508.3	90	18
			526.2	355.1	90	25
50	泰勒菌素	正离子	916.6	174	150	47
			916.6	772.5	150	43
51	萘夫西林	正离子	415.2	199.0	115	22
			415.2	170.9	115	53
52	青霉素G	正离子	367.3	160.0	30	21
			367.3	217.0	30	28
53	青霉素V	正离子	383.1	160.0	50	23
			383.1	114.0	50	54
54	氯唑西林	正离子	436.2	160.1	60	18
			436.2	277.1	60	18
55	苯唑西林	正离子	434.2	160.0	20	24
			434.2	144.0	20	40
56	氯霉素	负离子	320.9	152	-75	-24
			320.9	257	-75	-17
57	氟苯尼考	负离子	356	119	-80	-23
			356	219.2	-80	-16

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-02-14608-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

广州分公司
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