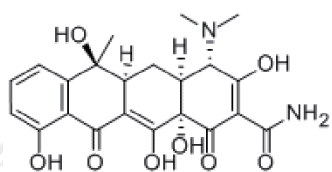


## 有机肥中四环素类抗生素的定性检测

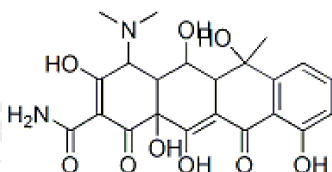
### 前言

抗生素类药物的长期过量使用会导致细菌产生交叉耐药性。长期食用含抗生素类药物残留的食物会导致人体内耐药性细菌增多，人体本身的耐药性增强，抗生素的药效会不断降低，使用正常的剂量可能达不到理想的药效，必须不断加大给药剂量才可能产生药效，严重时甚至会完全失效，从而加大治疗疾病的困难性；人们食用有四环素类抗生素药物残留的食品后可能出现中毒反应，阻碍儿童牙齿发育和骨骼生长，四环素类药物易与人体中的钙结合，会在骨骼和牙齿中沉积，抑制骨骼和牙齿的生长发育，尤其对胎儿和婴幼儿的影响较大，还可导致牙齿持久染色变黄，俗称四环素牙；四环素类药物可在肝脏中沉积，长期累积会造成肝脏和肾脏的损伤；此外，四环素类药物还具有刺激性，可抑制蛋白质的合成，甚至有时产生过敏反应。

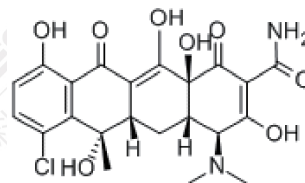
本研究基于 PCS-MS-Mate 联用质谱分析系统开发了有机肥中四环素类抗生素的快速检测方法，无需繁琐的样品前处理，1 步操作 1min 完成样品分析，本方法的检出限均为 200ng/mL。



四环素结构式



土霉素结构式



金霉素结构式

图 1. 四环素类抗生素结构式

### 实验部分

#### 1.1 仪器及材料

三重四级杆质谱仪（岛津 8040）；

MS-Mate（M4001）；

快速检测试剂包（含 PCS 试剂盒、微量液体取样器、快速检测专用溶剂-B05）。

PCS 干燥器（PCSD1001）

#### 1.2 分析条件

扫描方式：正离子扫描；

检测方式：子离子扫描；

喷雾电压：3.8kv；

DL 温度：250℃

加热块温度：200℃；

监测离子对和碰撞能量见表 1。

表 1 监测离子对和碰撞能等参数

化合物中文名称	母离子	子离子	碰撞能
四环素（Tetracyclines）	445	410、427	25
土霉素（Oxytetracycline）	461	426、444	25
金霉素（chlortetracycline）	479	462、444	25

#### 1.3 实验方法

##### 1.3.1 实验样品

四环素，CAS 60-54-8。冷藏保存，使用时稀释至所需浓度；

土霉素，CAS 79-57-2。冷藏保存，使用时稀释至所需浓度；

金霉素，CAS 57-62-5。冷藏保存，使用时稀释至所需浓度；

阴性有机肥样品（猪粪水）及阳性有机肥样品（猪粪水）存于密封容器中，冷藏保存。

### 1.3.2 标准溶液检测

用微量液体取样器移取标准溶液，加载于 PCS 试剂盒样品窗口的纸基上，取 5 滴快速检测专用溶剂-B05 加载于溶剂窗口，而后将 PCS 试剂盒插入 MS-Mate 进样平台，供质谱测定。

### 1.3.3 样品检测

用微量液体取样器移取有机肥样品，加载于 PCS 试剂盒样品窗口的纸基上，将试剂盒放入烘干装置直至样品完全干燥，冷却后取 5 滴快速检测专用溶剂-B05 加载于溶剂窗口，而后将 PCS 试剂盒插入 MS-Mate 进样平台，供质谱测定。

## 实验结果与讨论

### 2.1 质谱图

#### 2.1.1 500ng/mL 标准溶液质谱图

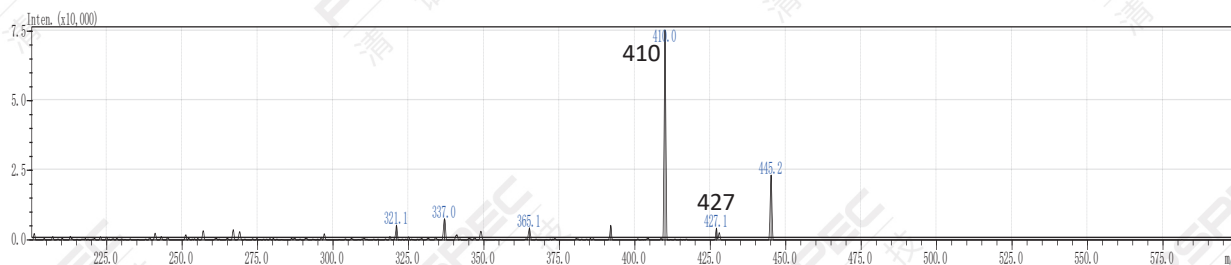


图 2.1 500ng/mL 四环素标准溶液质谱图 (445>410、427)

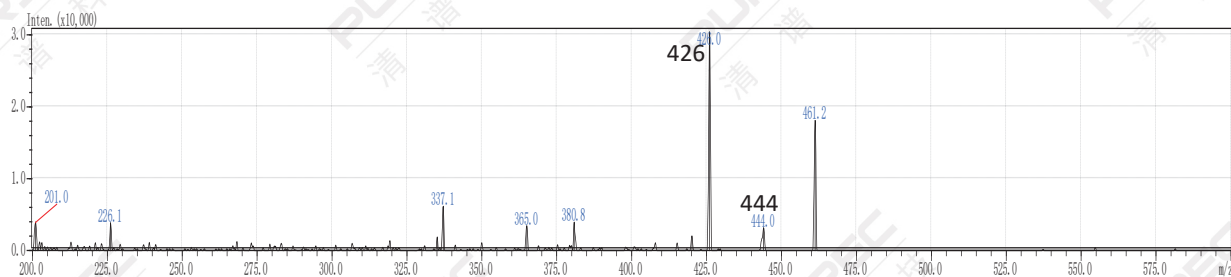


图 2.2 500ng/mL 土霉素标准溶液质谱图 (461>426、444)

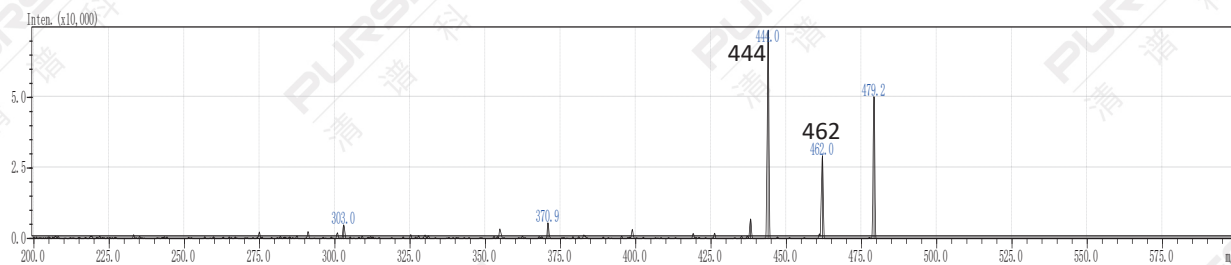


图 2.3 500ng/mL 金霉素标准溶液质谱图 (479>462、444)

## 2.1.2 加标样品质谱图

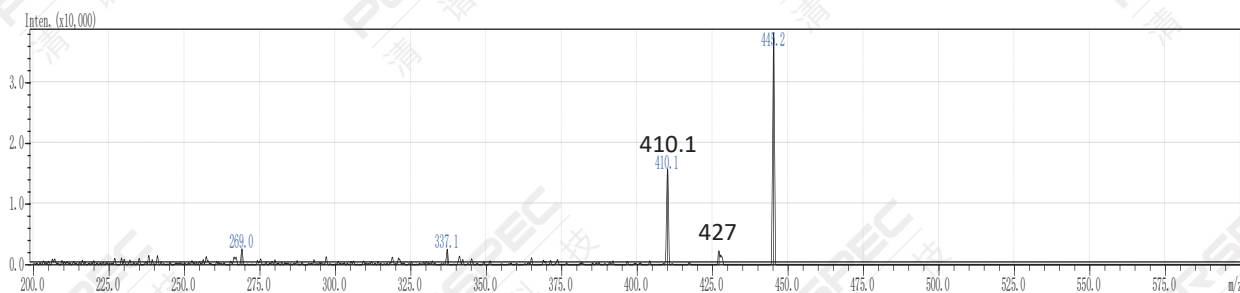


图 2.4 加标有机肥基质中四环素 (200ng/mL) 的子离子质谱图 (445&gt;410、427)

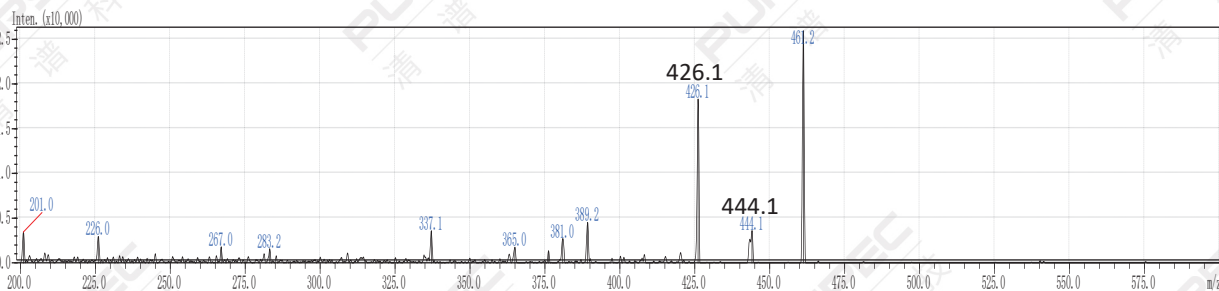


图 2.5 加标有机肥基质中土霉素 (200ng/mL) 的子离子质谱图 (461&gt;426、444)

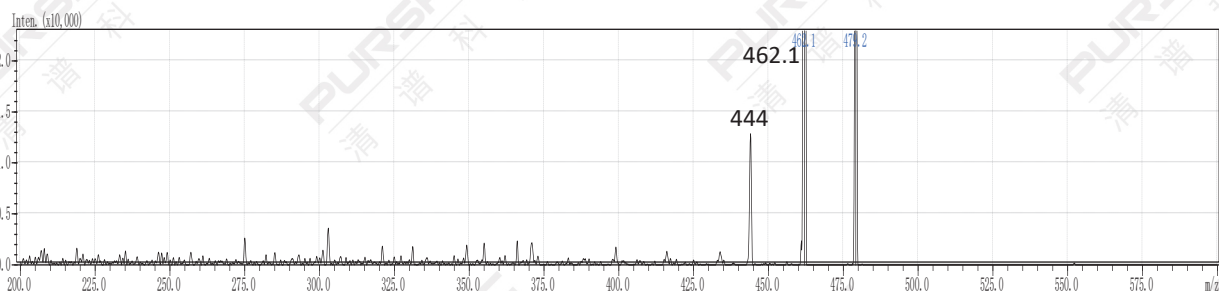


图 2.6 加标有机肥基质中金霉素 (200ng/mL) 的子离子质谱图 (479&gt;462、444)

## 2.1.3 阳性样品质谱图

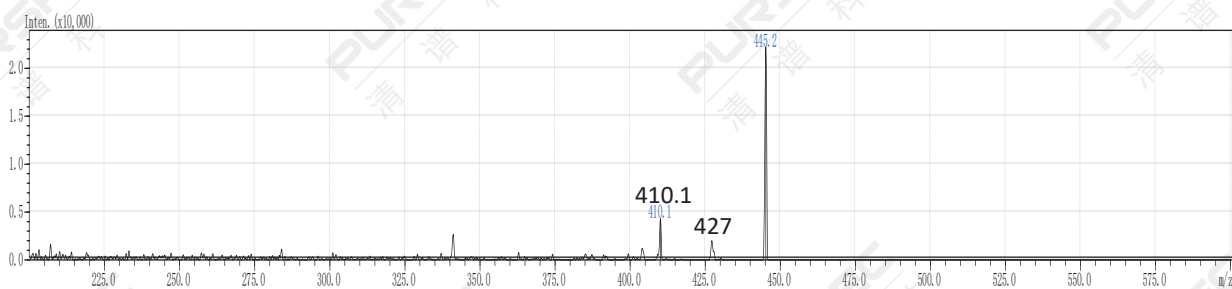


图 2.7 阳性有机肥基质中四环素的子离子质谱图 (445&gt;410、427)

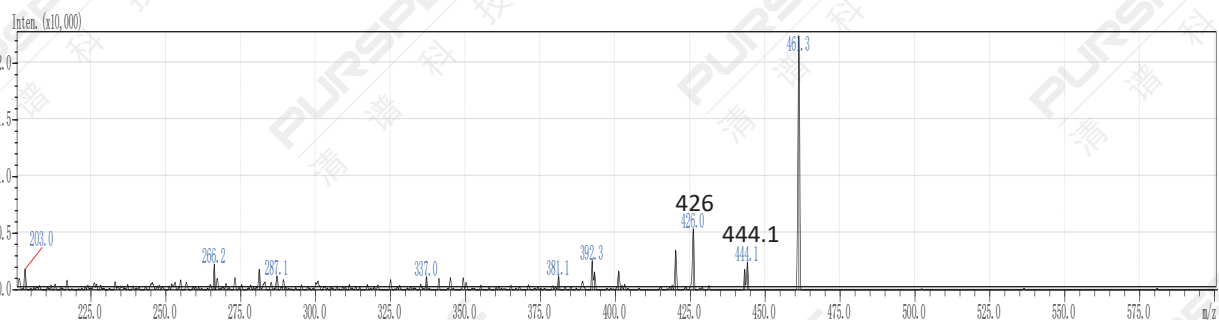


图 2.8 阳性有机肥基质中土霉素的子离子质谱图 (461&gt;426、444)

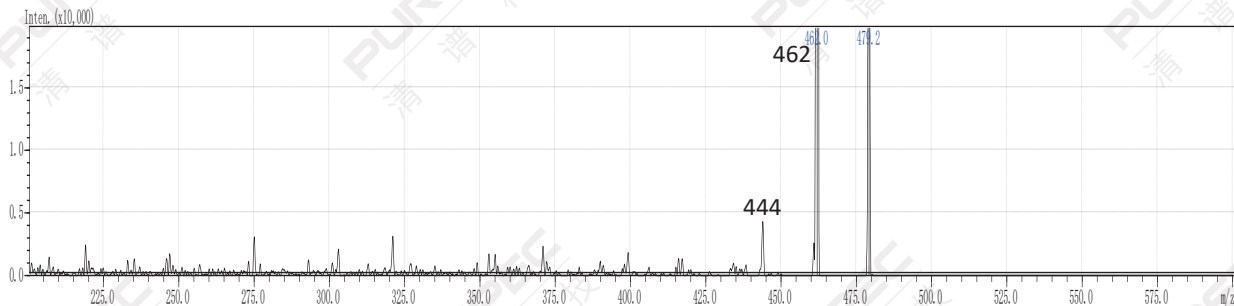


图 2.9 阳性有机肥基质中金霉素的子离子质谱图 (479>462、444)

## 2.2 检出限

通过对阴性有机肥样品加标的方式考察了本方法的检出限，以  $S/N=3$  计，本方法四环素类抗生素的检出限均为 200ng/mL。

## 结论

本方法使用 PCS-MS-Mate 联用质谱分析系统建立了快速测定有机肥中四环素类抗生素的方法，该方法无需对样品进行前处理，无需繁琐的净化以及色谱分离，使用 PCS 试剂盒，可为快速完成有机肥中四环素类抗生素的定性筛查提供了快速简单的解决方案。