

井冈霉素的液质检测方法

Determination of Validamycin on SCIEX Triple Quad™ system

李星霖, 杨总, 刘冰洁, 郭立海

Li Xinglin, Yang Zong, Liu Bingjie, Guo Lihai

SCIEX China

Key Words: Triple Quad; APCI; Validamycin

引言

井冈霉素是吸水链霉菌井冈变种产生的一种水溶性抗生素，是目前广泛使用的一种生物源杀菌剂，具有良好的防治植物病害的作用。我国《食品安全国家标准》（GB 2763-2021）中明确规定了井冈霉素的残留量不得超过限量。在我国，井冈霉素安全标准（GB 23200.74-2016）中用大气压化学电离源（APCI）的液质方法可以做到10 ng/mL，但是方法重现性差，分析时间长。本文采用SCIEX Triple Quad™ 系统建立了井冈霉素的检测方法，该方法具有以下几个特点：

1. 本方法灵敏度高（定量限是1 ng/mL），远低于标准的定量限要求（10 ng/mL）。
2. 该方法效率高，一针进样只需要6分钟，比标准的分析时间短10分钟。
3. 该方法重现性好，1 ng/mL、5 ng/mL、10 ng/mL的RSD均可达到2.5%以内。

1. 实验部分

1.1 样品前处理:

称取2.5 g试样（精确至0.01 g），置于50 mL聚四氟乙烯离心管中，加入20 mL甲醇，用均质器高速匀浆提取2 min，3 000 r/min离心5 min，收集上清液于一刻度试管中。离心后的残渣用5 mL甲醇溶液重复上述提取步骤1次，合并上清液，在45 °C水浴下吹氮浓缩至2.5 mL以下，然后将所得提取溶液转入经过预处理的HLB固相

萃取柱中，以约1 滴/s流速使样品溶液通过固相萃取柱，用2 mL水淋洗柱子，收集全部流出液和淋洗液到一刻度试管，加水定容至5.00 mL，混匀，过0.22 μm滤膜，供液相色谱-串联质谱仪测定。

以上前处理方法适用于卷心菜、葱、胡萝卜、番茄、黄瓜、菠菜、梨、柠檬、猪肉、猪肝、鱼肉、虾等样品。

1.2 色谱方法:

色谱柱: Amide Column, 1.7 μm, 2.1 mm × 100 mm

流动相: A: 5 mmol/L 乙酸铵水溶液; B: 乙腈

表1. 液相梯度洗脱

Time (min)	Flow(mL/min)	B (%)
1	0.5	98
2	0.5	50
4	0.5	50
4.1	0.5	98
6	0.5	98

1.3 质谱方法:

扫描方式: APCI源, 正离子模式

离子源参数:

气帘气CUR: 30 psi; 碰撞气CAD: 10 psi;

NC电流: 3 μA; 离子源温度TEM: 600 °C;

雾化气GAS 1: 30 psi;

表2. 井冈霉素离子对列表

中文名	英文名	Q1(Da)	Q3(Da)	DP(V)	CE(eV)
井冈霉素	Validamycin	498.3	178.1	120	38
		498.3	336.3	120	33

2. 实验结果:

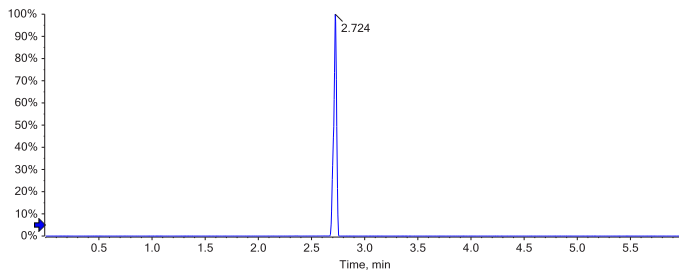


图1. 井冈霉素的提取离子流色谱图 (黄瓜基质)

2.1 色谱质谱条件优化

分别使用0.1% 甲酸水, 5 mmol/L乙酸铵水溶液、5 mmol/L乙酸铵+0.01%甲酸水溶液、5 mmol/L乙酸铵+0.2%甲酸水溶液作为流动相测试, 发现当使用5 mmol/L乙酸铵水溶液作为流动相时, 可以获得适合的灵敏度。并对源参数用流动注射分析 (FIA) 优化, 得到合适的源参数为气帘气CUR: 30 psi, 碰撞气CAD: 10 psi, NC 电流: 3 μ A, 离子源温度TEM: 600 $^{\circ}$ C, 雾化气GAS 1: 30 psi。

2.2 回归线性方程

该方法采用基质匹配 (黄瓜基质) 做标准曲线, 在1 ng/mL-100 ng/mL范围内进行线性实验, 井冈霉素的线性良好, 曲线回归系数达到0.997以上。

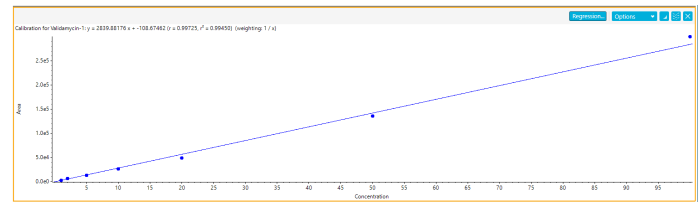


图2. 井冈霉素的标准曲线图 (黄瓜基质)

2.3 重复性

表3. 黄瓜基质加标重复性

井冈霉素浓度	RSD%(n=6)
1 ng/mL	2.27
5 ng/mL	2.14
10 ng/mL	1.77

3. 小结

本文采用液相色谱串联质谱建立了井冈霉素的快速分析检测方法。该方法详细优化了色谱质谱条件, 具有灵敏度更高, 分析速度更快, 重现性好等特点, 足以满足标准的检测要求。

参考文献:

- 《食品安全国家标准》食品中农药最大残留量, GB 2763-2021
- 《食品安全国家标准》, GB 23200.74-2016

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。

© 2021 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. RUO-MKT-02-13797-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: 021-2419-7200
传真: 021-2419-7333
官网: sciex.com.cn

广州分公司
广州市天河区珠江西路15号
珠江城1907室
电话: 020-8510-0200
传真: 020-3876-0835
官方微信: SCIEX-China