

# LC-MS/MS 测定果蔬食品中井冈霉素

LCMSMS-639

**摘要：** 本文采用岛津三重四极杆液质联用仪建立了果蔬食品中井冈霉素的定量分析方法。该方法中，井冈霉素在 1~100 ng/mL 线性范围内线性良好，相关系数大于 0.9998，准确度为 94.8~105.2%。精密度实验中，2 ng/mL 基质标准溶液重复分析 6 次，保留时间 RSD 为 0.061%；峰面积 RSD 为 2.798%，精密度良好。实际样品加标实验中，10、25 和 50  $\mu\text{g}/\text{kg}$  加标回收率分别为 85.0%、86.7%、95.5%。实验结果表明，该方法能准确地测定果蔬食品中井冈霉素含量。

**关键词：** 果蔬食品 井冈霉素 LC-MS/MS

井冈霉素是吸水链霉菌井冈变种产生的水溶性农用抗生素，是 1973 年上海农药研究院从江西井冈山地区土壤中分离得到的，主要用于治疗水稻纹枯病菌，对丝核菌亦有良好的生物活性。井冈霉素具有强内吸性和治疗作用，毒性低，对环境安全，且具高效性和持久性的特点，目前已成为我国生产量最大的农用抗生素之一。

井冈霉素是氨基糖苷类化合物，分子中含多个极性基团，其结构式如图 1 所示。GB 2763-2021《食品中农药最大残留限量》中规定了不同食品中井冈霉素的限量值，GB 23200.74-2016《食品中井冈霉素残留量的测定 液相色谱 - 质谱 / 质谱法》推荐了井冈霉素的检测方法。本文参考 GB 23200.74-2016，并对仪器方法进行优化，缩短分析时间，提高灵敏度和精密度，供参考。

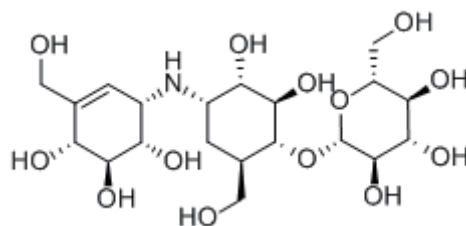


图 1 井冈霉素结构式

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

本实验采用岛津超高效液相色谱仪 LC-40D XS 与三重四极杆质谱仪 LCMS-8045 联用系统。

具体配置为：

输液泵：LC-40B<sub>x3</sub>

系统控制器：SCL-40

柱温箱：CTO-40S

自动进样器：SIL-40C<sub>x3</sub>

色谱工作站：LabSolutions Ver. 5.99

### 1.2 分析条件

液相色谱条件

色谱柱：Shim-pack Velox HILIC (100 mm x 2.1 mm I.D., 2.7  $\mu\text{m}$ , 岛津（上海）实验器材有限公司，P/N: 227-32025-03)

流动相：A 相 -5mM 醋酸铵水溶液 (pH=3.75)，B 相 - 乙腈

进样体积：2  $\mu\text{L}$

流速：0.3 mL/min

柱温：40 $^{\circ}\text{C}$

洗脱方式：梯度洗脱，B 相初始浓度为 80%，时间程序见表 1。

表 1 流动相梯度洗脱程序

Time(min)	Module	Command	Value
0.01	Pumps	Pump B Conc.	80
5.00	Pumps	Pump B Conc.	60
7.00	Pumps	Pump B Conc.	60
7.01	Pumps	Pump B Conc.	80
15	Control	stop	

质谱条件

离子源: ESI (+)

DL 温度: 250°C

接口电压: 4.5 kV

加热块温度: 400°C

雾化气: 氮气 3.0 L/min

扫描模式: MRM

干燥气: 氮气 15.0 L/min

MRM 参数: 见表 2

表 2 MRM 参数

No.	中文名	英文名	CAS. No.	离子对	Q1 Pre (V)	CE (V)	Q3 Pre (V)
1	井岗霉素	Validamycin	37248-47-8	498.2>178.15*	-10	-28	-29
				498.2>336.15	-12	-24	-21
				498.2>142.10	-12	-35	-24

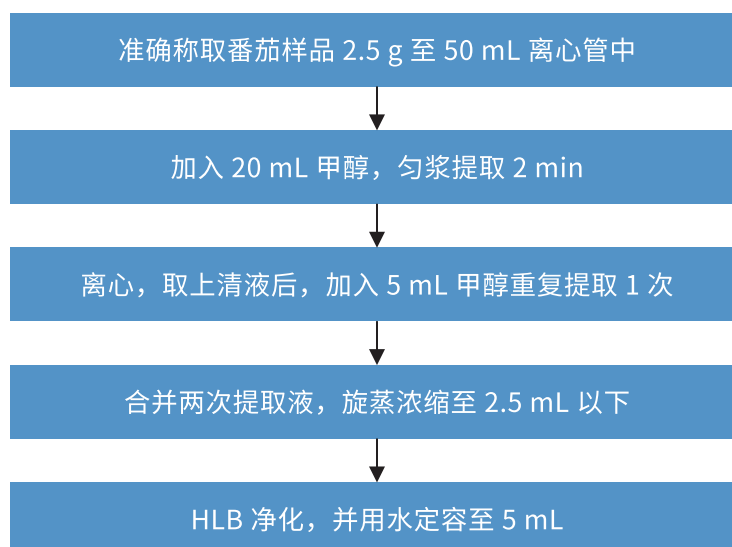
注: \* 表示定量离子

1.3 标准品配制

储备液: 称取标准品适量, 用水溶解稀释成 100 µg/mL;

标准溶液: 取适量对照品储备液, 用空白番茄基质溶液稀释, 配制浓度为: 1、2、5、10、20、50、100 ng/mL 的标准溶液。

1.4 样品前处理



■ 结果与讨论

2.1 标准溶液色谱图

按照 1.2 分析条件, 分析浓度为 1 ng/mL 的番茄基质标准溶液, 得到色谱图如图 2 所示。

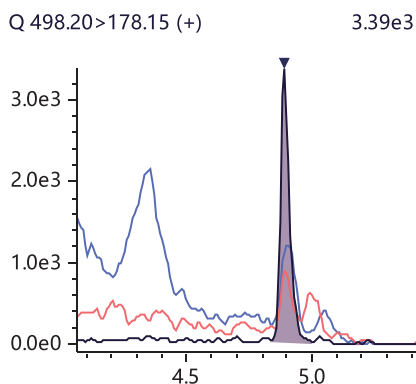


图2 井岗霉素番茄基质标准溶液色谱图 (1 ng/mL)

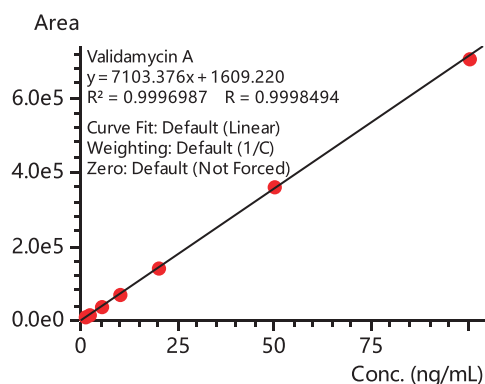


图3 井岗霉素校准曲线

## 2.2 校准曲线

按 1.2 中的分析条件进行测定，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，采用外标法建立校准曲线，结果如图 3 所示。井岗霉素在 1~100 ng/mL 线性浓度范围内，线性相关性良好，线性相关系数为 0.9998，准确度为 94.8~105.2%。

## 2.3 精密度实验

按照 1.2 分析条件，将浓度为 2 ng/mL 的番茄基质标准溶液重复分析 6 次，保留时间 RSD 为 0.061%，峰面积 RSD 为 2.798%，精密度良好。

## 2.4 样品含量及加标实验

按照 1.4 中样品前处理方法对番茄样品进行处理，上机分析，样品中未检测到井岗霉素，对空白样品进行加标实验，加标量为 10、25 和 50  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，重复实验 3 次，定量及加标结果如表 3 所示。

表 3 番茄样品中井岗霉素定量及加标结果

化合物名	样品中浓度 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标量 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	加标后平均浓度 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	回收率 (%)	RSD(%)
井岗霉素	N.D.	10	8.5	85	1.143
		25	21.7	86.7	1.271
		50	47.7	95.5	3.990

## ■ 结论

本文采用岛津 LCMS-8045 三重四极杆液质联用仪建立了果蔬食品中井岗霉素的定量分析方法。该方法中，目标物在 1~100 ng/mL 线性范围内线性良好，相关系数大于 0.9998，准确度为 94.8~105.2%。精密度实验中，2 ng/mL 基质标准溶液重复分析 6 次，保留时间 RSD 为 0.0605%，峰面积 RSD 为 2.798%。实际样品加标实验中，10、25 和 50  $\mu\text{g}/\text{kg}$  加标回收率分别为 85%、86.7%、95.5%。实验结果表明，该方法能快速准确地测定果蔬食品中井岗霉素含量。

岛津应用云

