

水中磺胺类、喹诺酮类、四环素类抗生素残留的测定

戴琨

(山东省食品药品检验研究院, 山东 济南 250101)

摘要: 近年来, 抗生素废水的排放加重了水体严重污染, 水体抗生素污染成为社会亟待解决的问题。抗生素类具有极强的水溶性且化学结构稳定, 容易在水环境中蓄积。目前, 地表水、地下水、饮用水、土壤及污水处理厂出水多次被检测到抗生素残留。

抗生素滥用导致了环境中的抗生素、抗药性细菌、抗药性基因的增多, 对人和动物体造成危害, 抗生素残留污染水环境及影响人体健康问题已成为近些年社会关注的热点。

本实验参考 DB22/T 2838-2017 生活饮用水及水源水中 10 种抗生素的检验方法 超高效液相色谱-质谱/质谱法, 利用莱伯泰科 SPE 1000 全自动固相萃取系统进行富集, Multi Vap-10 定量平行浓缩仪进行浓缩, 采用 LC-MS/MS 检测样品, 建立了一套检测水中多种抗生素的实验方案, 此方案的回收率及平行性良好, 适合水中多种抗生素的检测。

关键词: 水质; 固相萃取; 浓缩; 磺胺; 喹诺酮; 四环素; 抗生素

1. 仪器设备及试剂耗材

1.1 仪器设备

1.1.1 SPE1000 全自动固相萃取系统，莱伯泰科公司；

1.1.2 SCIEX-4500 液相色谱-质谱仪，AB 公司；

1.1.3 MultiVap-10 定量平行浓缩仪，莱伯泰科公司；

1.1.4 震荡仪。

1.2 试剂耗材

1.2.1 甲醇（色谱纯，Fisher Chemical）；

1.2.2 甲酸（色谱纯，阿拉丁）；

1.2.3 Na₂EDTA（99%，百灵威）；

1.2.4 HLB 固相萃取柱：500mg/6mL，莱伯泰科公司。

1.3 标准溶液

1.3.1 21 种磺胺类抗生素标准使用液：10 μg/mL，溶剂体系为乙腈：0.1% 甲酸水=1：4

1.3.2 12 种喹诺酮类抗生素标准使用液：10 μg/mL，溶剂体系为乙腈：0.1% 甲酸水=1：

4

1.3.3 四环素标准使用液：10 μg/mL，溶剂体系为甲醇；

土霉素标准使用液：10 μg/mL，溶剂体系为甲醇；

2. 实验过程

2.1 固相萃取样品测定

量取 1000mL 水样，加入 0.5g Na₂EDTA，充分溶解后经 0.45 μm 滤膜过滤，

然后按图 1 的方法进行固相萃取富集，收集液置于 M10 中 35℃ 浓缩至近干，然后用甲醇：0.1% 甲酸水溶液定容至 1mL，待测。