

动物源性食品中 5 种磺胺类药物的检测

前言

磺胺类抗生素(SAs)用来防病治病、提高饲料利用率和促进动物生长,广泛用于畜牧业。磺胺类抗生素可通过食物链在人体内蓄积,导致细菌产生抗药性,危害人体健康,甚至诱发甲状腺癌。磺胺类药物有过敏、引起排尿和造血紊乱等副反应。为了消费者健康,必须监控各种动物源性食品药物残留,为此需要可靠的分析方法来监测这些药物残留。

本文参考《GB 29694-2013 食品安全国家标准 动物性食品中 13 种磺胺类药物多残留的测定 高效液相色谱法》提供动物源性食品中磺胺类药物的检测方法,使用 Labtech Sepline-S4 全自动固相萃取系统进行鸡肉中磺胺类药物的萃取,并用高效液相色谱进行检测,方法的回收率为 81.1%~83.9%, RSD 为 3.9%~9.2%。通过 Sepline-S4 全自动固相萃取系统建立的加标回收率及平行性良好,适合鸡肉中磺胺类药物的检测。



关键词

Sepline-S4; Minilab; 动物源性食品; 磺胺类药物; GB 29694-2013

1 仪器设备及试剂

1.1 仪器设备

Minilab 全自动稀释配标仪 (莱伯泰科公司);
Sepline-S4 全自动固相萃取系统 (莱伯泰科公司);
QH66 均质仪 (莱伯泰科公司);
ET 浓缩仪 (莱伯泰科公司);
LC600 二元高压梯度高效液相色谱 (莱伯泰科公司)
固相萃取柱 (PXC 200mg/6mL)。



北京莱伯泰科仪器有限公司

地址:北京空港工业区

电话:010-80486450(总部)/64973119(市场)

传真:010-80486354(总部)/64974268(市场)

1.2 试剂

甲醇、乙酸乙酯、乙腈（色谱纯 FISHER Chemical）；

乙酸、氨水、盐酸（分析纯）；

0.3%乙酸水溶液（体积分数）；

50%甲醇乙腈（体积分数）；

洗脱液：5%氨水甲醇（体积分数）；

流动相：0.3%乙酸水溶液：乙腈=7:3（体积比）；

磺胺类药物标准液：磺胺嘧啶（100 μ g/mL，甲醇），磺胺二甲基嘧啶（100 μ g/mL，甲醇），磺胺甲氧嘧啶（100 μ g/mL，甲醇），磺胺甲恶唑（100 μ g/mL，甲醇），磺胺喹恶啉（100 μ g/mL，甲醇）；

磺胺类药物标准工作液：用 Minilab 按图 1 方法配制得到浓度为 5 μ g/mL 的标准工作液。

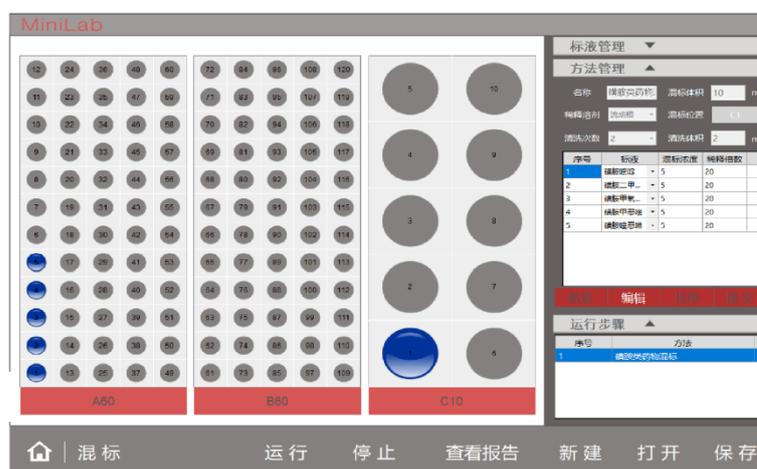


图 1 混标配制方法

2 实验过程

2.1 样品预处理

称取搅碎鸡肉 5g，于 50mL 聚四氟乙烯离心管中，加乙酸乙酯 20mL，10000r/min 均质 3min，涡旋混合 2min，4000r/min 离心 5min，取上清液于 60mL 收集瓶中，残渣中加乙酸乙酯 20mL，重复提取一次，合并两次提取液。

2.2 样品加标

在 2.1 提取液中加入 20 μ L 的 5 μ g/mL 磺胺类药物标准工作液，样品的加标浓度为 20 ng/g。

收集瓶中加 0.1mol/L 盐酸溶液 4mL，于 40 $^{\circ}$ C 下氮吹浓缩至少于 3mL，转至 10mL 离心管中。用 0.1mol/L 盐酸溶液 2mL 洗收集瓶，转至同一离心管中。再用正己烷 3mL 洗收集瓶，将正己烷转至同一离心管中，涡旋混合 30s，

3000r/min 离心 5min，弃正己烷。再次用正己烷 3mL 洗收集瓶，转至同一离心管中，涡旋混合 30s，3000r/min 离心 5min，弃正己烷，取下层液备用。

2.3 SPE 富集及浓缩

按照图 2 所示方法进行 Sepline-S4 方法编辑，加载并运行方法，Sepline-S4 完成 2.2 中加标样品的 SPE 萃取。

样品收集到收集瓶中，在 40℃，5psi 条件下进行氮吹浓缩，当收集液浓缩到近干时，加入流动相定容至 1mL，涡旋混匀，0.22μm 滤膜过滤，待检测。

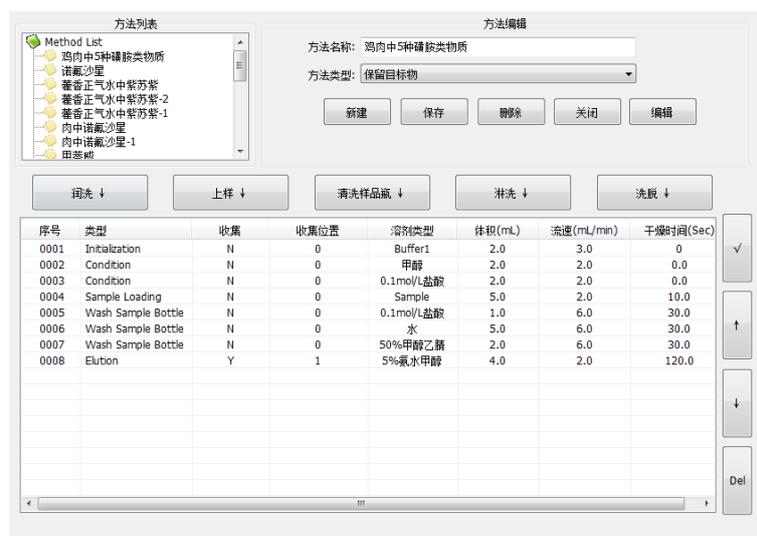


图 2 磺胺类药物固相萃取方法

2.4 高效液相色谱检测条件

色谱柱：C18，柱长 250mm，内径 4.6mm，粒径 5μm，或性能相当者；

流动相：0.3%乙酸水溶液：乙腈=7:3；

流速：1.0mL/min；

紫外检测波长：272nm；

柱温：35℃；

进样量：20μL。

3 实验结果

3.1 磺胺类药物标样液相色谱图

图 3 为 100ng/mL 的磺胺类药物标样的液相色谱图。

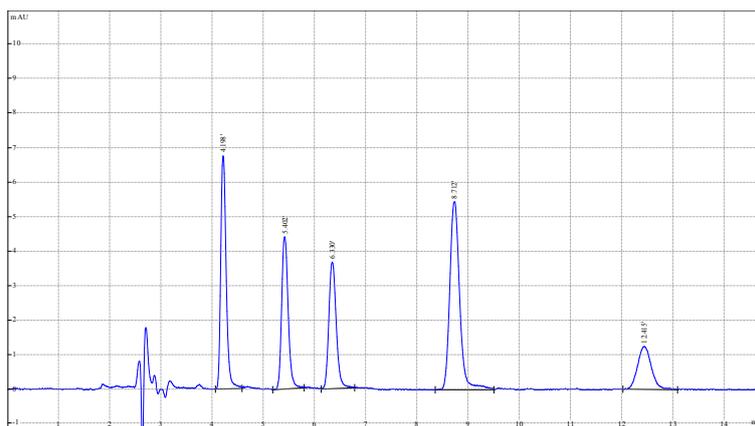


图 3 100ng/mL 的磺胺类药物标样液相色谱图

3.2 空白样品色谱图

图 4 为空白样品的色谱图，在磺胺类药物的出峰时间处没有响应，说明该样品中有磺胺类药物未检出。

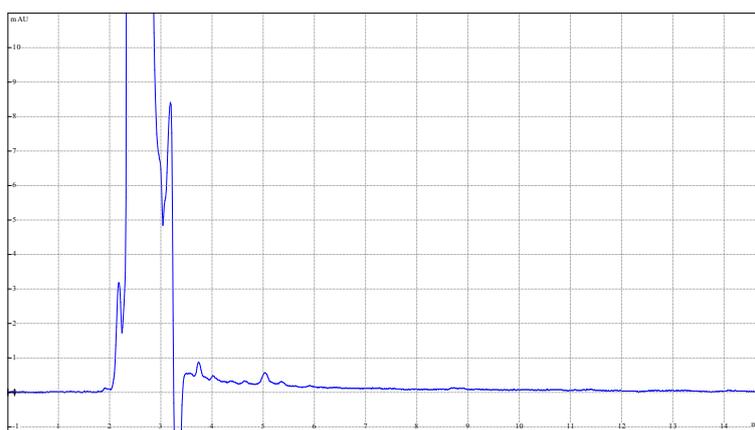
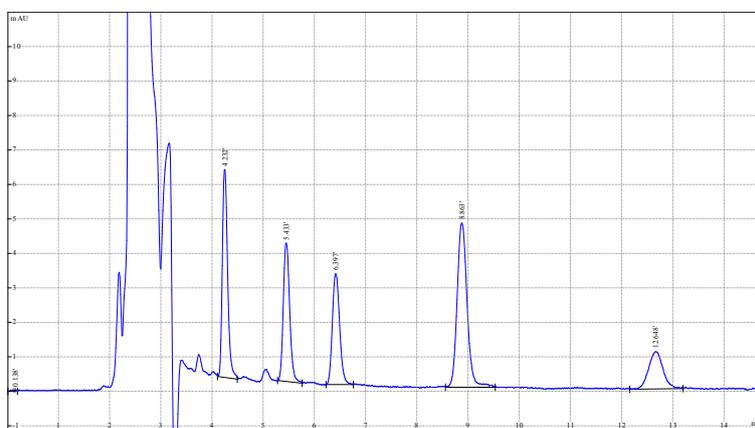


图 4 空白样品色谱图

3.3 加标样品色谱图

图 5 为加标样品的色谱图。



北京莱伯泰科仪器有限公司

地址：北京空港工业区

电话：010-80486450(总部)/64973119(市场)

传真：010-80486354(总部)/64974268(市场)

图 5 加标样品色谱图

3.4 加标回收率结果

表 1 为加标回收率结果，6 个平行样的回收率为 81.1%~83.9%，RSD 为 3.9%~9.2%。

表 1 加标回收率结果

序号	化合物	回收率/%				RSD/%
		1	2	3	平均值	
1	磺胺嘧啶	75.2	84.6	83.4	81.1	6.3
2	磺胺二甲基嘧啶	77.6	86.6	87.4	83.9	6.5
3	磺胺甲氧嘧啶	73.1	86.8	85.3	81.7	9.2
4	磺胺甲恶唑	79.8	83.0	86.3	83.0	3.9
5	磺胺喹恶啉	77.0	85.6	85.1	82.6	5.9

4 结果与讨论

本文使用 Sepline -S4 全自动固相萃取系统进行鸡肉中磺胺类药物的萃取，经 ET 氮吹浓缩后用高效液相色谱进行检测，方法的加标回收率为 81.1%~83.9%，RSD 为 3.9%~9.2%。通过 Sepline -S4 全自动固相萃取系统建立的加标回收率及平行性良好，适合鸡肉中磺胺类药物的检测。实际鸡肉中磺胺类药物未检出。

参考标准

- 1、GB 29694-2013 食品安全国家标准 动物性食品中 13 种磺胺类药物多残留的测定 高效液相色谱法
- 2、农业部 1025 号公告-23-2008 动物源食品中磺胺类药物残留检测液相色谱—串联质谱法

撰写人：李宁

审稿人：SLP ZN WX

北京莱伯泰科仪器有限公司

地 址：北京空港工业区

电 话：010-80486450(总部)/64973119(市场)

传 真：010-80486354(总部)/64974268(市场)