

高效液相色谱法测定虾磺胺类药物残留

郭楠

辽宁省水产技术推广总站 / 辽宁省水产品质量安全检验检测局, 沈阳 110031

摘要 采用高效液相色谱法对虾中磺胺类药物残留进行测定, 测定仪器为 C_{18} 柱、PDA 检测器, 选用 5 mmol/L NaH_2PO_4 溶液 - 乙腈溶液作为流动相, 将磷酸 pH 值调至 2.8, 柱温 35 °C, 流速 1.0 mL/min, 检测波长为 267 nm。试验结果表明, 在 10、50、100 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 水平上, 3 种磺胺类药物残留加标回收率分别为 71% ~ 80%、79% ~ 86%、81% ~ 90%, RSD < 10%, 与痕量测定要求相符。

关键词 高效液相色谱法; 虾; 磺胺类药物; 药物残留

在以往的水产养殖中, 磺胺药得到了广泛应用, 对于鱼病传染、感染的控制十分有效。然而, 因过量使用的缘故也出现了二重感染、毒性反应, 对人体健康造成了威胁。因此, 世界各国也普遍提出肉食动物中该药物的使用限制、限量要求。本文主要对高效液相色谱法测定虾中磺胺类药物残留进行分析。

1 材料与方法

1) 仪器、试剂。采用的仪器包含 pH 计、均质器、离心机、吹氮装置、PDA 检测器、固相萃取装置、超声波清洗器、Waters 2695 高效液相色谱系统、xW-80A 旋涡混合器。采用的试剂包含磺胺喹恶啉 SQX、磺胺间甲氧嘧啶 SMM、磺胺二甲氧嘧啶 SDM 等 3 种磺胺类药物标准品、二次蒸馏水、磷酸、二氯甲烷、正己烷、乙二醇、正丙醇、磷酸二氢钠、无水硫酸钠及均为色谱纯的甲醇与乙腈。

2) 试验方法。①试剂制备。磺胺类药物标准储备液: 依次精密称取 3 种磺胺类药物标准品 10.0 mg (精确至 0.1 mg), 并采用乙腈溶液对其分别定容至 100 mL, 3 种标准品浓度均为 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 保存至 4 °C 冰箱内; 混合标准中间液: 依次采取 1.0 mL 3 种磺胺标准储备液置于 50 mL 容量瓶内, 并采用流动相溶液定容至磺胺含量 2 $\mu\text{g}/\text{mL}$; 混合标准工作液: 由混合标准中间液制备而来。②样品处理。精

密称取组织样品 10.0 g, 并置于 100 mL 聚丙烯离心管内, 分别加入 25 mL 二氯甲烷、无水硫酸钠, 经过 2 min 漩涡振荡、15 min 超声处理、5 min 离心后, 在 50 mL 鸡心瓶中转移上清液。沉淀物采用 25 mL 二氯甲烷重复进行提取^[1], 在鸡心瓶中放入二氯甲烷合并液, 将 8 mL 正丙醇加入其中, 并置于水浴中 (50 °C) 氮气吹干。采用 3 mL 体积比为 95 : 5 的磷酸盐缓冲液 - 乙腈溶液将残渣溶解, 涡旋混匀后转至 10 mL 离心管内, 滴入 3 mL 正己烷后涡旋混匀、离心分层, 将上层正己烷除去后再次滴入 3 mL 正己烷, 重复操作后得到下层 A 液。量取 3 mL 甲醇预先将 Waters Oasis HLB 固相萃取柱活化, 多余甲醇采用 6 mL 水进行冲洗、去除, 将 A 液注入后量取水 3 mL、甲醇 (5%) 2 mL, 先后进行淋洗, 最后量取甲醇 5.0 mL 洗脱, 将 0.2 mL 乙二醇加入洗脱液内, 并置于水浴 (35 °C) 中氮气吹干, 采用流动相溶液将其定容至 1 mL, 以 0.45 μm 滤膜进行过滤, 待测定。

2 结果与分析

1) 线性范围。用流动相液依次将 2 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 混合标准工作液稀释至 0.1、0.5、1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 以上述色谱条件为根据, 将每种质量浓度进样 20 μL ^[2]。采用各成分峰面积 Y 分别对标准工作液质量浓度 x ($\mu\text{g}/\text{mL}$) 展开线性回归分析。得知浓度范围 0.05 ~

1.0 μg/mL 内,各组分具有良好的线性关系。

2)方法的回收率和精密度。将含量水平不同的 3 种磺胺标准液分别加入并未测出磺胺类药品的虾均质样品中,5 min 涡动混合、10 min 静置后,将其转化为 10、50、100 μg/kg 的样品,随后进行平行试验,以样品处理法处理,进样,得到色谱图,对 3 种磺胺类加标回收率、精密度计算,具体结果见表 1。该结果具有良好的回收率、精密度。

表 1 回收率与精密度(n=5) %

添加值 / (μg/kg)	平均回收率(RSD)		
	SQX	SMM	SDM
10	71.5	73.4	72.8
	(9.15)	(8.26)	(9.01)
50	74.4	80.6	79.7
	(7.52)	(5.43)	(6.11)
100	84.9	81.3	84.6
	(7.15)	(4.81)	(6.92)

3 讨论

因虾样品存在较为复杂的成分,故以液液萃取、液固萃取将杂质除去时较为复杂。若是仅以液液萃取的方法操作,会得到杂质峰多、峰包夹现象严重的色谱图;而若是仅以固相萃取小柱提取,因杂质过多的缘故,会导致萃取柱超载。因此,本文以液液萃取与固相萃取小柱合并方式提取、富集,回收率及检测灵敏度得到有效提升。

参 考 文 献

[1] 区敏霞. 高效液相色谱同时测定水产品中 7 种磺胺类药物残留的方法改进[J]. 食品安全导刊, 2017(7): 133-135.
 [2] 王骏,张秀妍,郝佳,等.超高效液相色谱-串联质谱法测定水产品中 8 种磺胺类药物残留量 [J]. 精细与专用化学品, 2017, 25 (1): 41-44.

山区肉牛快速育肥的方式

山区肉牛的快速育肥有以下 2 种最常用的方式。

1)放牧加补料。此方式简单易行,以本地资源为主,投入较少,适合于草场资源丰富、不缺乏劳力的地区,育肥牛白天在外放牧,晚上收牧后补喂青草或秸秆,自由采食,精料每日喂 1.5~2.0 kg,育肥期一般 3 个月,牛体重达 350 kg 左右时出售。

2)单纯舍饲育肥。这种方式以氨化或微贮秸秆为主要饲料,适当补充精料,牛全天舍饲喂养,秸秆每天足量添加让牛吃饱,精料每天定量 2.0~2.5 kg,这种方法省工省力,育肥期 3 个月左右,肉牛平均日增重 1.0~1.1 kg。农户可结合当地实际选择合适的育肥方法,以达到理想育肥效果。

山区肉牛养殖技术可总结如下:用国内外优良肉牛品种杂交改良当地黄牛所生的杂交后代或架子牛作为育肥牛源,以农作物秸秆的青贮、氨化饲草配合育肥精料,采用放牧加圈养或单纯舍饲的方法快速育肥,可显著提高肉牛生产的经济效益。

来源:中国农业推广网