

Application News

No. L510

高效液相色谱
High Performance Liquid Chromatography

使用合成抗菌剂筛选系统分析食用肉中残留的合成抗菌剂 (2)

Analysis of Residual Antimicrobials in Meat with Antimicrobial Screening System (Part 2)

合成抗菌剂属于兽药和饲料添加剂的一种，用于防治牲畜和水产品疾病。而合成抗菌剂会残留在畜水产品中，为了消费者能够放心食用，相关部门制定了有害物质的最大残留限量标准。

近年来，各国违反规定的案例报告层出不穷。由于检查成分较多，因此要求能够迅速简便地进行筛选分析。

应用报告 No. L509 中介绍了使用合成抗菌剂筛选系统对喹诺酮类药物中的 12 种成分进行筛选分析的示例。本文向您介绍对磺胺类药物中的 12 种成分进行筛选分析的示例。

■ 预处理步骤

Sample Pretreatment

食用肉中的残留合成抗菌剂分析通常采用液/液萃取（有时会与固相萃取方式组合）的预处理方法，但费时费力。本次分析中采用 QuEChERS 法进行预处理，该方法所需时间较短，可以进行高效分析，常被用来测定蔬菜水果的农药残留。

采用 QuEChERS 法进行提取和脱脂后，将样品蒸发浓缩至近干，然后重新溶解制备样品溶液。表 1 为目标成分的 MRL（最大残留限量标准：Maximum Residue Limit）以及预处理后的样品溶液浓度；图 1 为预处理步骤。关于预处理方法的详细信息，请参考使用说明书。

表 1 筛选目标成分的 MRL 和样品溶液浓度
Maximum Residue Limits and Sample Solution Concentration of Screening Target Compounds

成分名称	MRL (mg/kg)	样品溶液浓度 (mg/L)
1 Sulfadiazine	0.01	0.025
2 Sulfamerazine	0.01	0.025
3 Sulfadimidine	0.01	0.025
4 Sulfamonomethoxine	0.01	0.025
5 Trimethoprim	0.01	0.025
6 Sulfamethoxazole	0.01	0.025
7 Ormethoprim	0.01	0.025
8 Sulfadimethoxine	0.01	0.025
9 Sulfaquinolaxine	0.01	0.025
10 Pyrimethamine	0.01	0.025
11 Difurazon	0.01	0.025
12 Nicarbazin ^{※1}	0.01	0.025

※1: 尼卡巴嗪的主要成分
N, N' - Bis (4-nitrophenyl) urea 的浓度。

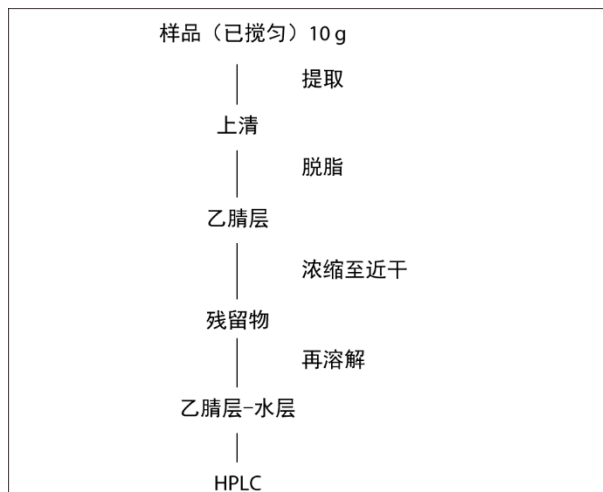


图 1 预处理步骤
Sample Pretreatment Protocol

■ 食用肉中含磺胺类药物的抗菌剂分析

Analysis of Antimicrobials including Sulfonamides in Meat

将鸡肉和牛肉作为食用肉样品。表 2 为分析条件；图 2 为预处理后的基质溶液（蓝线）、向基质溶液中添加了标准溶液的基质标准溶液（红线）以及标准溶液（黑线）的色谱图。

在基质标准溶液中添加标准溶液，使含磺胺类药物的抗菌剂达到 0.01 mg/kg。将标准溶液制备到表 1 中的样品溶液浓度。

使用 i-Series 内置的光电二极管阵列 (PDA) 检测器 (6 波长) 对所有成分进行检测。在该分析条件下，大约 25 分钟内对 12 种成分全部进行了分离和洗脱。

表 2 分析条件
Analytical Conditions

仪器	: LC-2040C 3D
色谱柱	: Shim-pack FC-ODS (150 mmL. × 4.6 mm I.D., 3 μm)
流动相	: A) 20 mM 磷酸盐 (钠盐) 缓冲液 含 0.1 M 高氯酸钠 B) 乙腈/甲醇=80/20
时间程序	: 梯度洗脱
流速	: 1.0 mL/min
柱温	: 50 °C
进样体积	: 20 μL
检测波长	: 240 nm 270 nm 280 nm 285 nm 350 nm 380 nm
流通池温度	: 40 °C

■ 利用紫外光谱库进行相似度计算

Similarity Calculation Using UV Spectral Library

对本应用报告的所有目标成分，除了使用保留时间，也可使用 UV 检测器进行定性分析。并且，还可与谱库中的光谱图进行相似度检索。图 3 为向牛肉基质中添加了一定浓度的标准溶液后得到的磺胺喹恶啉光谱图。由图可知，与谱库中光谱图的相似度为 0.997。

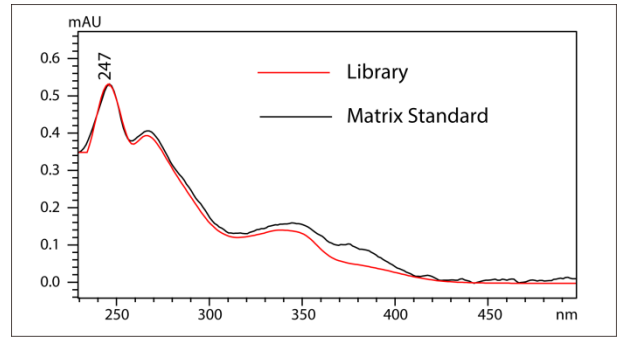


图 3 磺胺喹恶啉的光谱图
Spectra of Sulfaquinoxaline

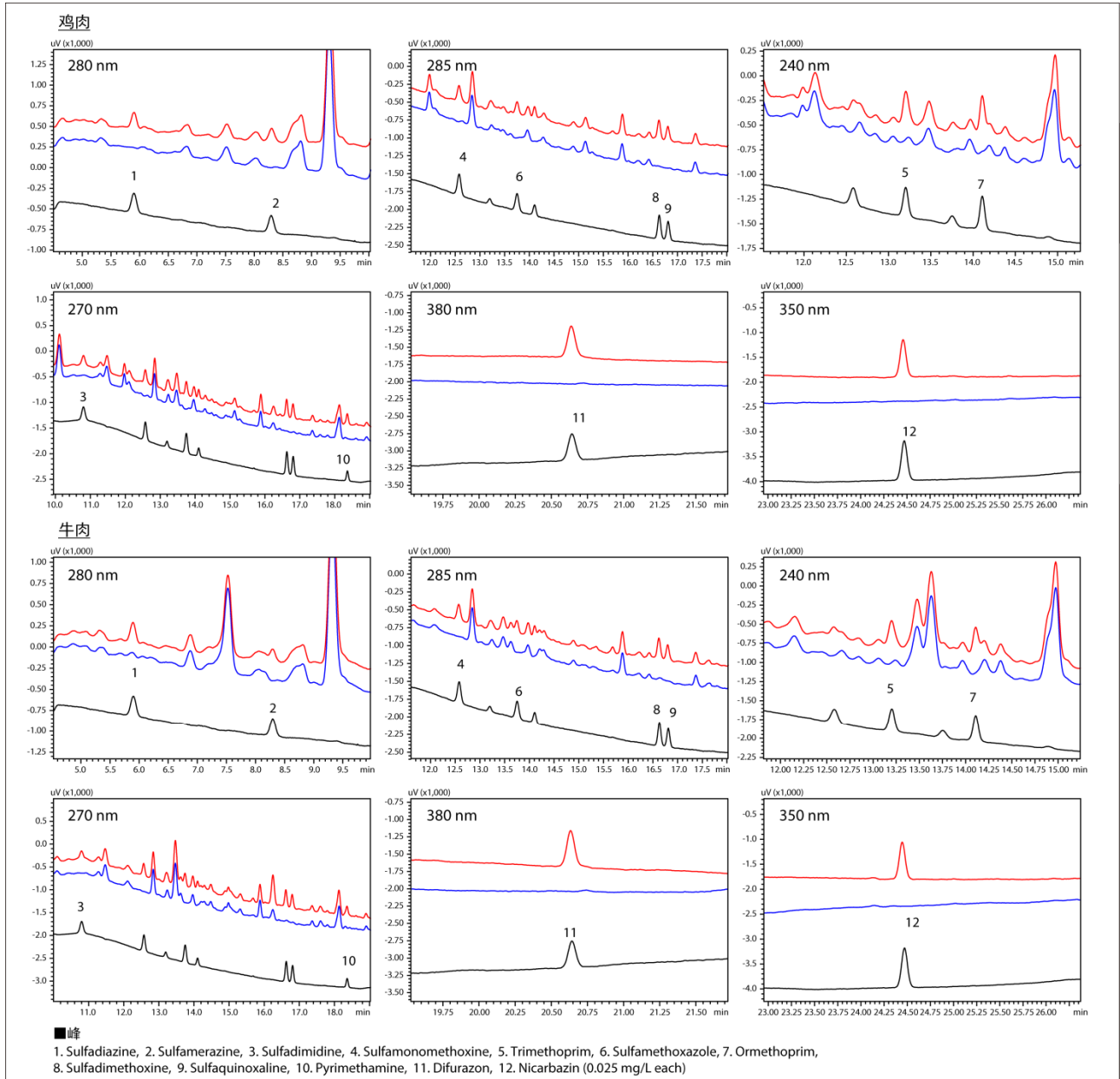


图 2 鸡肉和牛肉的基质标准溶液（红线）、基质溶液（蓝线）、标准溶液（黑线）的色谱图
Chromatograms of Chicken and Beef: Matrix Standard Solution (Red Line), Matrix Solution (Blue Line), Neat Standard Solution (Black Line)



岛津企业管理（中国）有限公司
岛津（香港）有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话： 800-810-0439
400-650-0439

免责声明：

※ 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售；
※ 本资料中的所有信息仅供参考，不予任何保证。
如有变动，恕不另行通知。

第一版发行日：2016年11月