

## 牛奶中五种喹诺酮类药物残留的测定

喹诺酮类（4-quinolones），又称吡酮酸类或吡啶酮酸类，是人工合成的含4-喹诺酮基本结构的抗菌药。喹诺酮类抗生素是一类人畜通用的药物。因其具有抗菌谱广、抗菌活性强、与其他抗菌药物无交叉耐药性和毒副作用小等特点，被广泛应用于畜牧、水产等养殖业中，由于喹诺酮类药物在动物机体组织中的残留，人食用动物组织后喹诺酮类抗生素就在人体内残留蓄积，造成人体疾病对该药物的严重耐药性，影响人体疾病的治疗。因此其残留问题引起广泛关注。

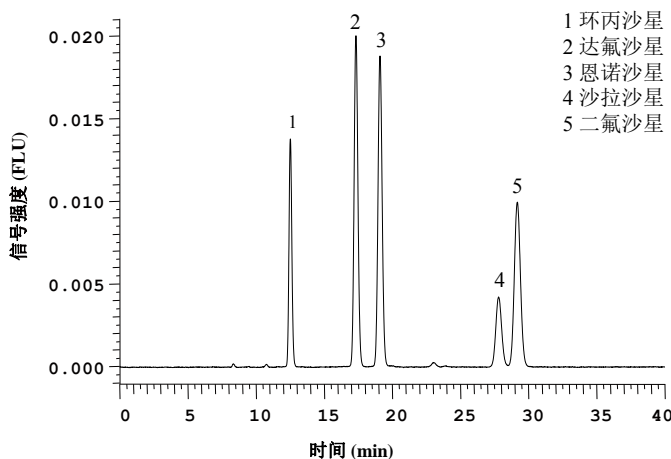
本文参考国标GB 29692-2013牛奶中喹诺酮类药物多残留的测定中的方法一，使用Chromaster荧光检测器对牛奶中的5种喹诺酮类药物残留进行了分析测定。五种喹诺酮类药物在参考的分析条件下得到了较好的分离，达氟沙星检测限可达0.15 μg/kg（国标为1 μg/kg），充分体现了Chromaster荧光检测器高灵敏度的特点。



Chromaster®系统

### 喹诺酮标准品测定例

#### ■ 标准样品测定例

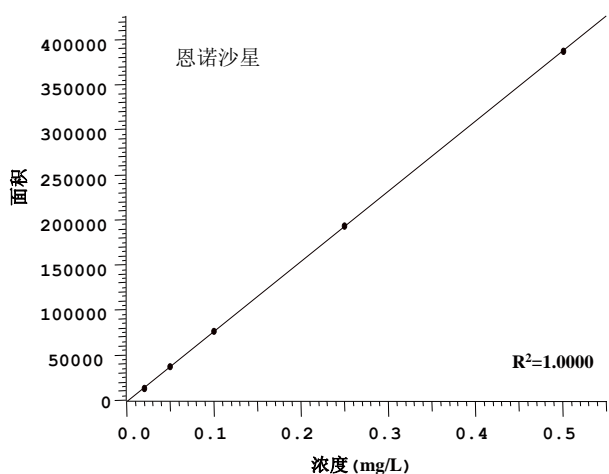


标准样品的色谱图(浓度：达氟沙星0.05 mg/L,其余各0.25 mg/L)

#### ■ 分析条件

色谱柱 : HITACHI LaChrom C18 (5 μm)  
4.6 mm I.D. × 250 mm  
流动相 : 0.05 mol/L磷酸溶液-三乙胺 / 乙腈=90 / 10  
流速 : 1.8 mL/min  
柱温 : 45°C  
检测波长 : FL Ex: 280 nm Em: 450 nm  
进样量 : 20 μL

#### ■ 线性



#### ■ 重现性

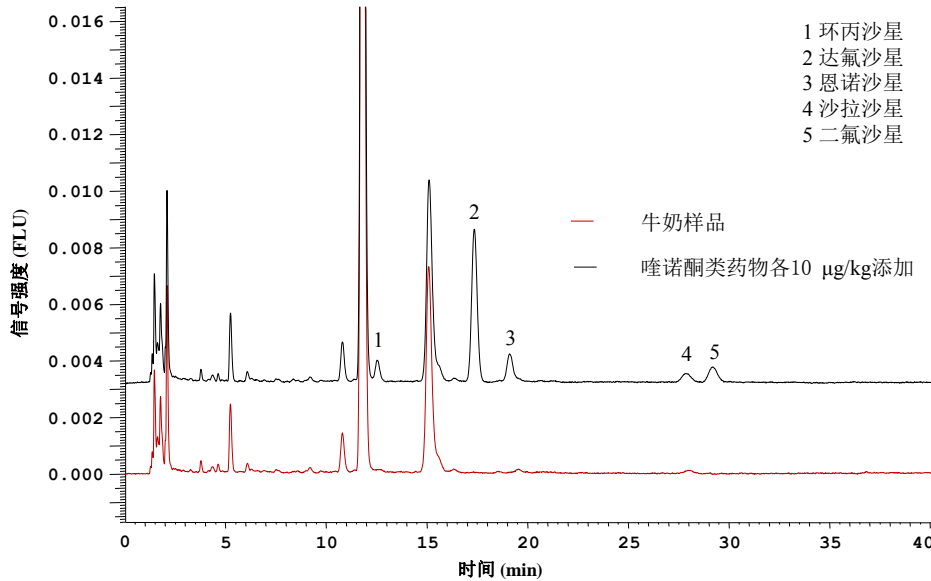
(达氟沙星0.05 mg/L, 其余各0.25 mg/L标准混合液, n=6)

成分	保留时间 (%RSD)	峰面积 (%RSD)
环丙沙星	0.01	0.40
达氟沙星	0.01	0.43
恩诺沙星	0.02	0.32
沙拉沙星	0.02	0.41
二氟沙星	0.03	0.33

所测5种喹诺酮成分的标准曲线，在标准混合液中达氟沙星浓度为0.004 ~ 0.1 mg/L，其余各成分浓度为0.02 ~ 0.5 mg/L的范围内，得到了 $R^2 \geq 0.9999$ 良好的线性关系。重现性也得到了良好的结果。

## 食品样品测定例

### ■ 样品的测定例



对市售的牛奶样品进行了测定，在确认未检出5种喹诺酮类药物后，对牛奶样品添加了喹诺酮类标准品后进行分析，结果确认在添加后的牛奶样品中检出了5种喹诺酮类药物。

## 样品前处理方法

称取试料 ( $2 \pm 0.05$ ) g 于 50 ml 离心管中  
 ↓  
 ← 磷酸 100  $\mu$ L, 乙腈 4 mL  
 漩涡混匀, 中速振荡 5 min  
 ↓  
 离心分离 (10000 r/min, 10 min)  
 ↓  
 取上清液于另一离心管中, 加入正己烷 5 mL, 涡旋 1 min, 静置;  
 ↓  
 取下层清液于 25 mL 鸡心瓶中。  
 ↓  
 试料残渣中加入乙腈 4 mL, 重复提取一次, 上清液经 5 mL 正己烷提取  
 ↓  
 合并两次提取液, 50  $^{\circ}$ C 旋转蒸发至剩余黄色油滴;  
 ↓  
 用流动相 1 mL 溶解旋蒸后的残余物  
 ↓  
 0.22  $\mu$ m 滤膜过滤;  
 ↓  
 分析

仪器配置: Chromaster 5110 泵, 5210 自动进样器, 5310 柱温箱, 5440 FL 检测器。

注意: 本资料所示数据仅为测定例用数据而非可保证仪器性能的数据。本仪器只是研究用仪器, 而不是诊断、治疗或预防人或动物疾病的医疗仪器。