

水产品中磺胺类药物残留量的测定

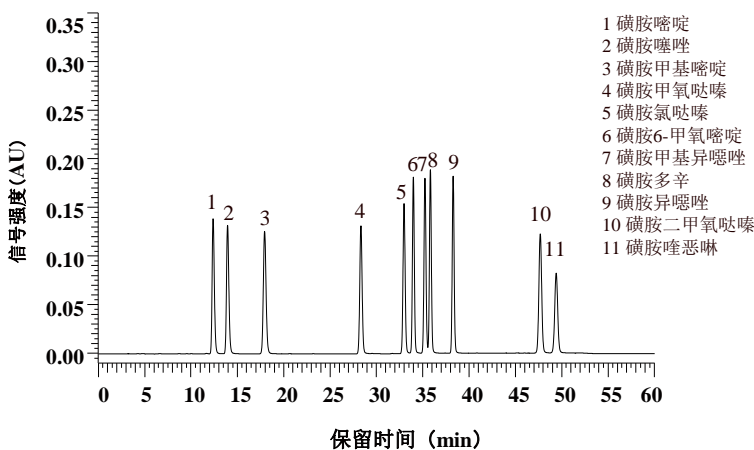
磺胺类药物为人工合成的抗菌药，它具有抗菌谱较广、价格低廉、性质稳定、使用简便等诸多优点。在畜禽和水产养殖中使用十分普遍，但是由于存在着药物滥用、误用等不规范使用，造成很多动物源性食品常存在该类药物的残留，从而对人的身体健康构成威胁或直接造成损害。本报告参考农业部958号公告-12-2007，应用Primaide 系统，采用固相萃取净化法进行样品前处理，对水产品中的磺胺类药物进行了测定，并在样品中加入标准混合溶液进行了各成分的加标回收率的测定。结果表明，该方法准确可靠，可适用于水产品中磺胺类药物残留量的测定。



Primaide 系统

标准样品测定例

■ 标准样品测定例



磺胺类标准混合样品的色谱图(浓度: 4.0 mg/L)

■ 分析条件

色谱柱 : HITACHI LaChrom C18(5 μm)
4.6 mm I.D. × 250 mm
流动相 : A: 2% 乙酸溶液 B: 乙腈 C: 甲醇
(梯度洗脱)
流速 : 0.6 mL/min
柱温 : 33°C
检测波长 : UV: 270 nm
进样量 : 50 μL

■ 重现性 (4.0 mg/L 标准混合溶液, n=6)

对磺胺类标准混合溶液进行了连续进样测定，得到了保留时间和面积的重现性。

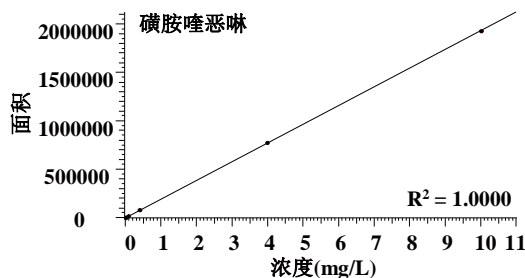
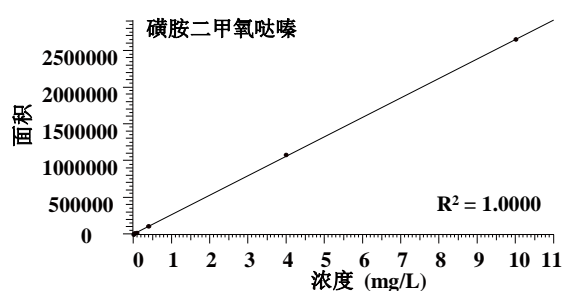
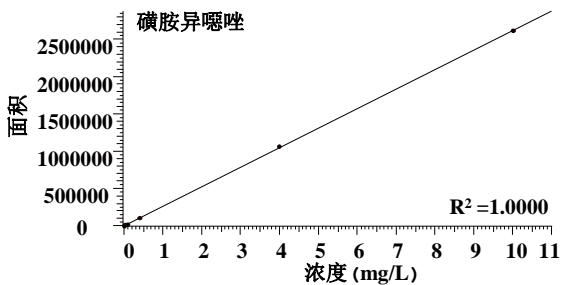
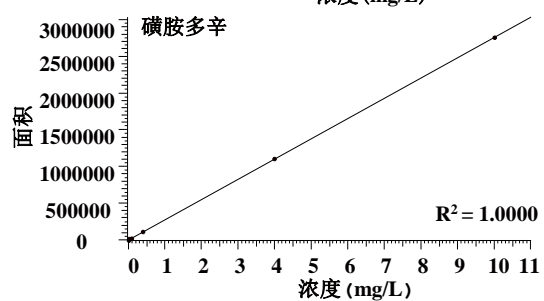
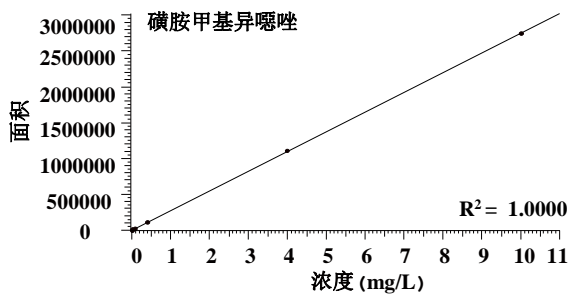
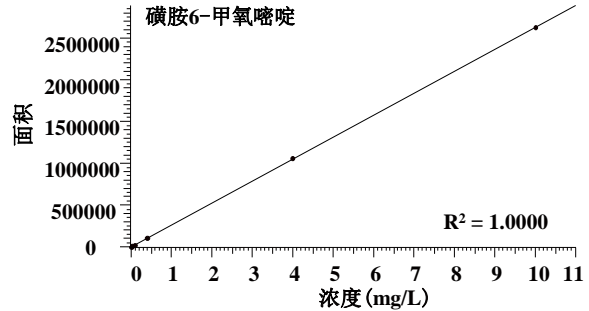
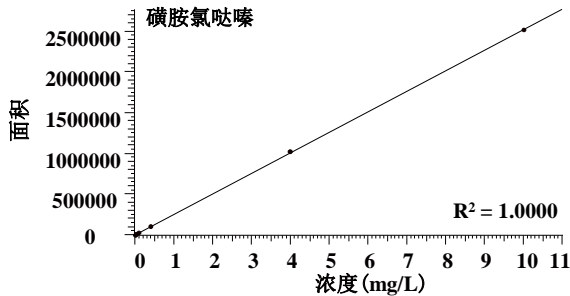
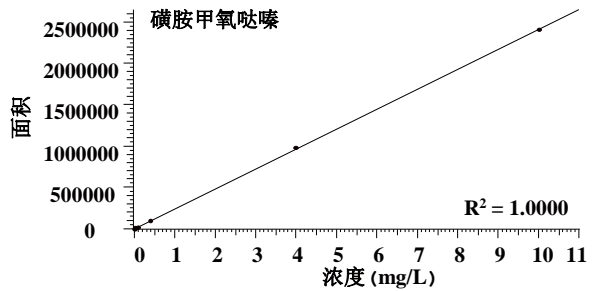
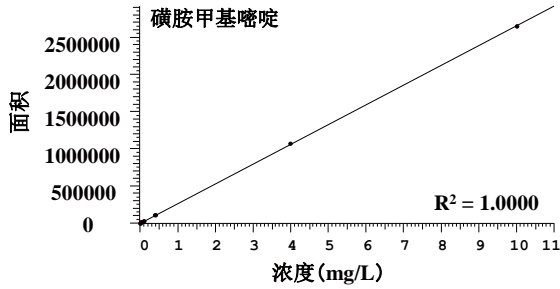
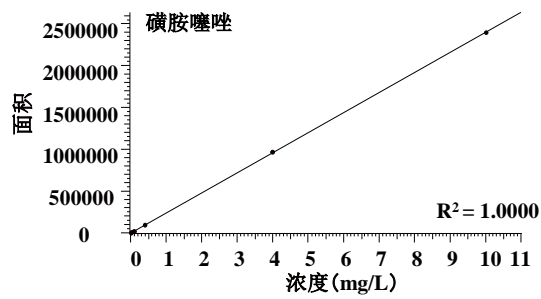
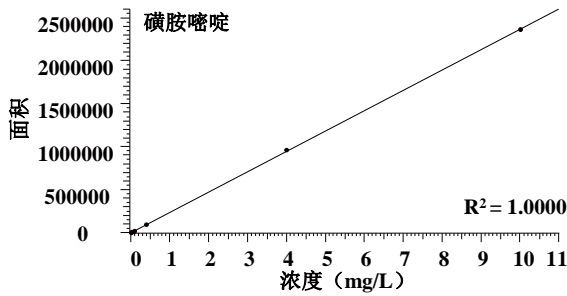
成分	磺胺嘧啶		磺胺噻唑		磺胺甲基嘧啶		磺胺甲氧吡嗪		磺胺氯吡嗪		磺胺 6-甲氧嘧啶	
	保留时间	峰面积	保留时间	峰面积	保留时间	峰面积	保留时间	峰面积	保留时间	峰面积	保留时间	峰面积
AV.	12.382	1119438	13.948	1131915	17.943	1254548	28.344	1130912	32.999	1187012	34.006	1237947
RSD%	0.03%	0.50%	0.03%	0.43%	0.03%	0.30%	0.01%	0.49%	0.01%	0.45%	0.01%	0.46%

成分	磺胺甲基异噁唑		磺胺多辛		磺胺异噁唑		磺胺二甲氧吡嗪		磺胺喹恶啉	
	保留时间	峰面积	保留时间	峰面积	保留时间	峰面积	保留时间	峰面积	保留时间	峰面积
AV.	35.259	1300354	35.845	1296107	38.304	1245407	47.705	1250733	49.424	904303
RSD%	0.01%	0.47%	0.02%	0.44%	0.02%	0.42%	0.01%	0.48%	0.01%	0.44%



■ 线性

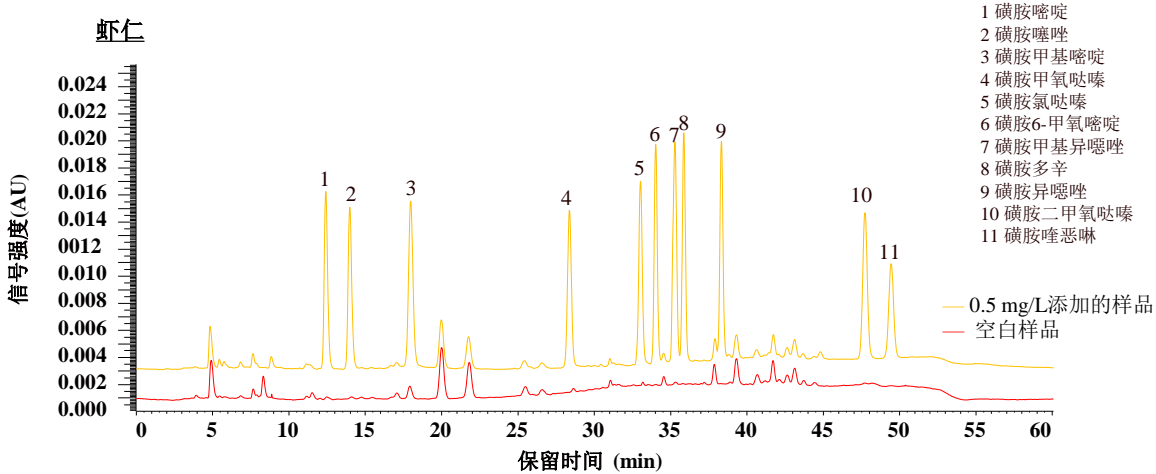
磺胺类各成分在0.01 ~ 10.0 mg/L标准溶液的浓度范围内均得到了 $R^2 = 1.0000$ 良好的线性关系。





样品测定例

■ 样品的测定例



空白样品与添加样品的色谱重叠图

■ 测定结果

成分峰编号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
添加标液浓度 (μg/mL)	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
回收率 (%)	87.03%	84.70%	92.37%	86.90%	88.67%	86.97%	99.00%	86.93%	86.70%	88.70%	85.97%

对虾仁样品中的磺胺类药物残留进行测定，并在样品中添加了磺胺类标准混合液，进行了各成分的加标回收率的测定，测定结果见上表。

样品前处理方法

虾仁



样品制备: 将样品解冻，切成小块，待用。



提取: 取混合均匀的虾肉样品5.00 g，加入25 mL 乙酸乙酯，超声1 min，加入5 g无水硫酸钠，均质1 min，旋涡混匀1 min，在12000r/min转速下离心10 min。将乙酸乙酯层小心转移到梨形瓶中。再向原离心管中加入25 mL乙酸乙酯重复提取一次，合并乙酸乙酯层，于30° C水浴中减压浓缩至近干。



净化: 用1 mL甲醇溶解残渣，再加入1% 2 mL乙酸溶液，超声1 min，转到离心管中，再重复洗净一次。向离心管中加入8 mL正己烷，涡旋混匀，在10000r/min转速下离心5 min，弃上层，再加入8 mL正己烷重复一次。下层加入6 mL纯水稀释。

固相萃取净化:



活化: HLB固相萃取柱用3 mL甲醇和6 mL纯水进行活化



上样: 移取试样稀释液缓慢过柱



淋洗: 用3 mL纯水和2 mL 5%甲醇溶液淋洗



洗脱: 10 mL甲醇洗脱，收集洗脱液



浓缩定容: 洗脱液于30° C减压浓缩至干，残渣用2 mL流动相溶解，经孔径0.22 μm滤膜过滤，待进样分析。

仪器配置: Primaide 1110 泵, 1210 自动进样器, 1310 柱温箱, 1410 紫外检测器。

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。