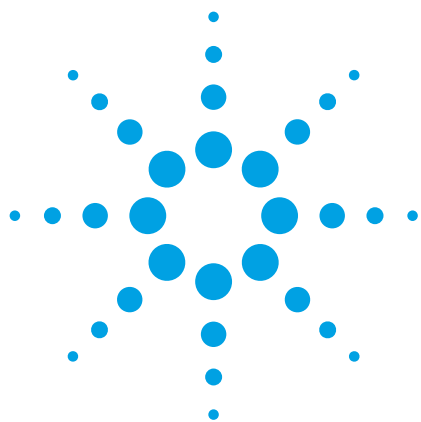




使用固相萃取-高效液相色谱法测定动物性食品中 13 种磺胺类药物的残留量

应用简讯

食品检测与农业

作者

孙锦兰

安捷伦科技（中国）有限公司

前言

磺胺类药物是一种广谱抗菌药，主要用于预防和治疗感染性疾病，因其性质稳定、品种多、价格低等优点，常作为饲料添加剂或动物疾病治疗药物得到广泛应用。但目前磺胺类药物的不合理使用，使其在动物性食品中残留，引起了生态环境污染，并对人类健康造成潜在威胁。本方法参照食品安全国家标准 GB 29694-2013，建立了动物性食品中 13 种磺胺类药物残留分析的高效液相色谱法。该方法适用于鸡肉和猪肝中磺胺醋酸酯、磺胺吡啶、磺胺噻唑、磺胺甲基嘧啶、磺胺二甲基嘧啶、磺胺甲氧哒嗪、苯酰磺胺、磺胺间甲氧嘧啶、磺胺氯哒嗪、磺胺甲噁唑、磺胺异噁唑、磺胺二甲氧哒嗪和磺胺苯吡唑单个或多个药物残留量的检测。

磺胺类药物的分析

对试料进行样品前处理。称取试料 5 ± 0.05 g，于 50 mL 具塞离心管中，加入无水硫酸钠 5 ± 0.05 g，加乙酸乙酯 20 mL，涡旋 2 min，5000 rpm 离心 5 min，移取上清液于 50 mL 离心管中，残渣中加乙酸乙酯 20 mL 重复提取一次，合并两次提取液于 40 °C 下氮吹至吹干。加入 0.1 mol/L 盐酸溶液 4 mL 洗离心管，转至 15 mL 离心管中；再用 0.1 mol/L 盐酸溶液 3 mL 洗离心管，转至同一 15 mL 离心管中。再用正己烷 3 mL 洗离心管，转至同一 15 mL 离心管中，涡旋混合 30 s，5000 rpm 离心 5 min，弃正己烷。再次用正己烷 3 mL 洗离心管，转至同一 15 mL 离心管中，涡旋混合 30 s，5000 rpm 离心 5 min，弃正己烷，取下层液备用。



Agilent Technologies

所得备用液经 Agilent Bond Elut Plexa PCX 固相萃取柱净化和富集后，使用配备了 Agilent Poroshell 120 EC-C18 色谱柱的高效液相色谱系统对其中的 13 种磺胺类药物的残留量进行快速分析，如图 1 所示为固相萃取操作流程，如表 1 所示为液相色谱分析条件。

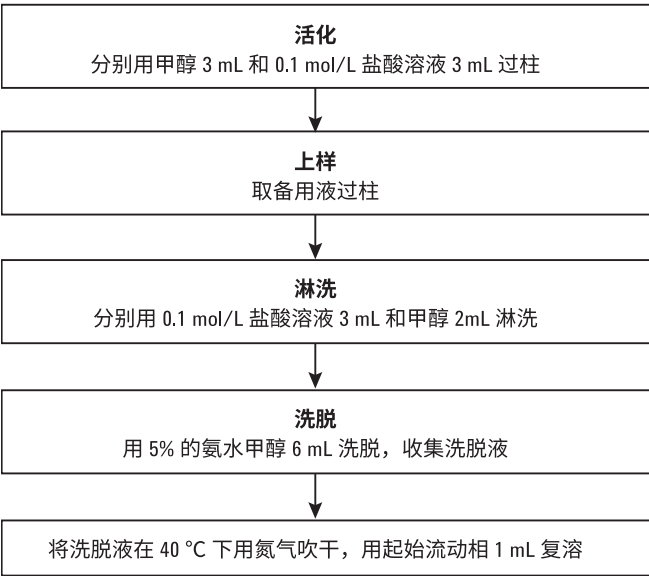


图 1. 固相萃取操作流程

表 1. 液相色谱条件

色谱柱：	Poroshell 120 EC-C18， 4.6 × 100 mm, 2.7 μm	
流速：	1 mL/min	
柱温：	30 °C	
进样体积：	10 μL	
紫外-可见检测器检测波长：	270 nm	
流动相：	A) 0.1% 甲酸 B) 乙腈	
梯度洗脱：	时间	B%
	0	16
	2	16
	4	20
	9	40
	9.1	90
	12	90
	12.5	16
	25	16

如图 2 和图 3 所示，本文所述固相萃取-高效液相色谱法适用于鸡肉和猪肝中 13 种磺胺类药物残留的检测，基质对检测结果无明显干扰。通过计算得到此方法鸡肉定量限为 10 μg/kg，猪肝定量限为 25 μg/kg。

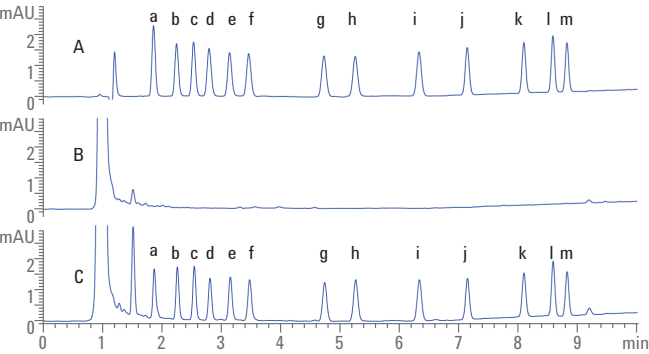


图 2. 采用固相萃取-高效液相色谱法分析 0.2 μg/mL 13 种磺胺类药物混合标准溶液 (A)、鸡肉空白试样 (B)、添加水平 40 μg/kg 的鸡肉空白添加磺胺混标试样 (C) 所得色谱图：其中 a、b、c、d、e、f、g、h、i、j、k、l、m 分别代表磺胺醋酐、磺胺吡啶、磺胺噻唑、磺胺甲基嘧啶、磺胺二甲基嘧啶、磺胺甲氧哒嗪、苯酰磺胺、磺胺间甲氧嘧啶、磺胺氯哒嗪、磺胺甲噻唑、磺胺异噻唑、磺胺二甲氧哒嗪和磺胺苯吡唑

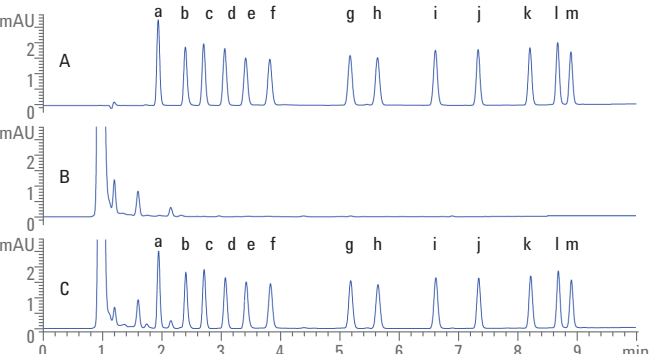


图 3. 采用固相萃取-高效液相色谱法分析 1 μg/mL 13 种磺胺类药物混合标准溶液 (A)、猪肝空白试样 (B)、添加水平 200 μg/kg 的猪肝空白添加磺胺混标试样 (C) 所得色谱图：其中 a、b、c、d、e、f、g、h、i、j、k、l、m 分别代表磺胺醋酐、磺胺吡啶、磺胺噻唑、磺胺甲基嘧啶、磺胺二甲基嘧啶、磺胺甲氧哒嗪、苯酰磺胺、磺胺间甲氧嘧啶、磺胺氯哒嗪、磺胺甲噻唑、磺胺异噻唑、磺胺二甲氧哒嗪和磺胺苯吡唑

实验在 10-2500 μg/L 浓度范围内测试了 13 种磺胺类药物的定量线性，所得结果表明所有化合物在此浓度范围内具有良好的线性相关性，相关系数 R^2 均大于 0.999，如表 2 所示为各磺胺类药物的回归方程及相关系数。

表 2. 13 种磺胺类药物的回归方程及相关系数

磺胺类药物	回归方程	相关系数 R ²
磺胺醋酰 (N-Sulfanilylacетamide)	Y = 0.048X + 0.430	0.999
磺胺吡啶 (Sulfapyridine)	Y = 0.036X - 0.114	0.999
磺胺噻唑 (Sulfamoxole)	Y = 0.038X - 0.101	0.999
磺胺甲基嘧啶 (Sulfamerazine)	Y = 0.038X - 0.914	0.998
磺胺二甲基嘧啶 (Sulfamethazin)	Y = 0.036X - 0.109	0.999
磺胺甲氧吡嗪 (Sulfamethoxypyridazine)	Y = 0.036X - 0.111	0.999
苯酰磺胺 (Sulfabenzamine)	Y = 0.038X - 0.069	1.000
磺胺间甲氧嘧啶 (Sulfamonomethoxine)	Y = 0.038X - 0.151	0.999
磺胺氯吡嗪 (Sulfachloropyridazine)	Y = 0.040X - 0.189	0.999
磺胺甲噁唑 (Sulfamethoxazole)	Y = 0.038X - 0.080	0.999
磺胺异噁唑 (Sulfafurazole)	Y = 0.038X - 0.120	0.999
磺胺二甲氧吡嗪 (Sulfadimethoxine)	Y = 0.038X - 0.097	0.999
磺胺苯吡唑 (Sulfaphenazolum)	Y = 0.033X - 0.090	0.999

如表 3 所示，在 10-80 µg/kg 添加水平下，鸡肉基质的空白样品加标回收率为 68.49%-89.92%，RSD (%) ≤ 7.48 (n = 6)；在 25-200 µg/kg 添加水平下，猪肝基质的空白样品加标回收率为 65.8%-86.37%，RSD (%) ≤ 7.94 (n = 6)，表明该方法的准确度和精密度完全能满足磺胺类药物残留分析的要求。

表 3. 鸡肉和猪肝基质的空白样品加标回收率和 RSD 值 (n = 6)

磺胺类药物	鸡肉			猪肝		
	添加水平 (µg/kg)	回收率 (%)	RSD 值 (n = 6)	添加水平 (µg/kg)	回收率 (%)	RSD 值 (n = 6)
磺胺醋酰	10	78.54	3.19	25	72.96	5.09
	40	75.26	3.72	100	72.19	4.86
	80	76.52	2.68	200	66.48	4.66
磺胺吡啶	10	80.63	3.16	25	78.94	4.99
	40	81.01	3.49	100	78.61	5.08
	80	78.49	3.92	200	70.89	5.16
磺胺噻唑	10	84.54	4.18	25	82.18	5.24
	40	85.21	4.46	100	86.37	5.15
	80	80.87	3.26	200	83.14	5.32
磺胺甲基嘧啶	10	72.86	3.81	25	79.85	6.01
	40	73.49	2.98	100	77.69	5.99
	80	70.79	3.05	200	72.37	5.64
磺胺二甲基嘧啶	10	84.95	4.76	25	82.14	7.88
	40	89.92	3.49	100	83.85	4.15
	80	84.32	3.08	200	80.99	5.33
磺胺甲氧吡嗪	10	80.89	2.99	25	78.41	5.73
	40	81.64	3.51	100	79.63	5.71
	80	86.78	3.29	200	74.22	5.39

磺胺类药物	鸡肉			猪肝		
	添加水平 (µg/kg)	回收率 (%)	RSD 值 (n = 6)	添加水平 (µg/kg)	回收率 (%)	RSD 值 (n = 6)
苯酰磺胺	10	78.65	5.19	25	77.89	5.61
	40	74.74	3.64	100	81.25	5.84
	80	80.75	6.26	200	78.72	6.04
磺胺间甲氧嘧啶	10	79.85	3.79	25	74.82	7.19
	40	80.83	3.68	100	79.09	5.76
	80	74.47	4.92	200	80.45	5.35
磺胺氯哒嗪	10	72.85	3.84	25	76.92	4.71
	40	73.63	3.91	100	73.19	4.95
	80	72.49	7.48	200	66.79	7.06
磺胺甲恶唑	10	75.85	3.64	25	75.15	4.99
	40	78.76	3.93	100	69.93	5.28
	80	76.91	3.28	200	78.27	5.61
磺胺异噁唑	10	70.17	4.79	25	70.49	6.03
	40	71.64	2.91	100	68.14	5.74
	80	68.49	3.14	200	70.61	5.81
磺胺二甲氧哒嗪	10	82.79	4.93	25	78.34	4.16
	40	83.97	3.46	100	72.99	4.87
	80	86.43	3.82	200	80.63	7.94
磺胺苯吡唑	10	75.91	5.56	25	72.19	5.03
	40	76.67	5.95	100	65.30	5.11
	80	70.19	3.76	200	69.33	5.47

消耗品订购信息

Agilent Bond Elut Plexa PCX 固相萃取柱：60 mg，3 mL，
部件号 12108603

Agilent Poroshell 120 EC C18 色谱柱：4.6 × 100 mm，2.7 µm，
部件号 695975-902

查找当地的安捷伦客户中心：

www.agilent.com/chem/contactus-cn

免费专线：

800-820-3278, 400-820-3278 (手机用户)

联系我们：

LSCA-China_800@agilent.com

在线询价：

www.agilent.com/chem/erfq-cn

www.agilent.com

安捷伦对本资料可能存在的错误或由于提供、展示或使用本资料所造成的间接损失不承担任何责任。

本文中的信息、说明和技术指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2016

2016 年 10 月 17 日，中国印刷

5991-7521CHCN



Agilent Technologies