

## 解决方案 | 高效液相色谱法测定禽肉中土霉素、四环素和金霉素的残留量

土霉素、四环素和金霉素均属于四环素类抗生素，在畜禽生产中四环素类抗生素被广泛用作药物添加剂，用于防治细菌感染和促进生长。据统计，世界范围内四环素类药物在养殖动物中的使用占有兽用抗生素总量的 48%。在亚洲地区是仅次于磺胺类的药物。然而，该类抗生素容易诱导耐药菌株和导致食品残留。若长期食用这些动物性食品及其制品会危害人类身体健康。四环素类兽药易残留于动物组织、鱼、蛋、牛奶和蜂蜜等生物样本中，需要对四环素类兽药进行残留检测。

目前，常用的四环素类抗生素主要检测方法有高效液相色谱法、微生物法及分光光度法，其中，高效液相色谱法应用最多。本文参考 GB/T 5009.116-2003 《畜、禽肉中土霉素、四环素、金霉素残留量的测定（高效液相色谱法）》，建立了测定畜、禽肉中土霉素、四环素、金霉素残留量的高效液相色谱方法，供相关检测人员参考。

### 实验部分

#### 实验原理

试样经提取、微孔滤膜过滤后直接进样，用反相色谱分离，紫外检测器检测，与标准比较定量。出峰顺序为土霉素、四环素、金霉素，标准加法定量。

#### 仪器与试剂

LC-5510 液相色谱仪；

AS-405 自动进样器；

DM-101 脱气机；

乙腈，分析纯；

磷酸二氢钠；

土霉素标准品；

四环素标准品；

金霉素标准品；

高氯酸。

### 仪器条件

色谱柱：C<sub>18</sub>柱，250 mm×4.6 mm，5 μm；

流动相：乙腈+0.01mol/L 磷酸二氢钠溶液=25+75；

流速：1.0 mL/min；

柱温：室温；

检测波长：355nm；

进样量：20 μL。

### 样品处理

称取 5g (±0.0001g) 切碎的肉样 (<5mm)，置于 50mL 锥形烧瓶中，加入 5%高氯酸 25.0mL，于振荡器上振荡提取 10min，将样品溶液转移至 50mL 离心管中，2000r/min 离心 3min，取上清液经 0.45μm 滤膜过滤，进高效液相色谱进行分析。

实验结果

标准谱图

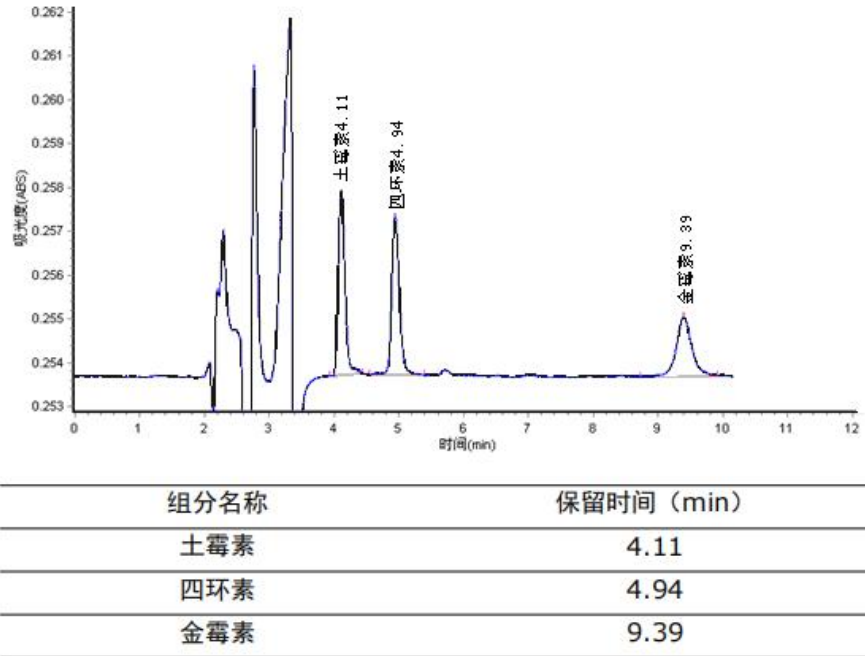


图 1 标样谱图

样品分析

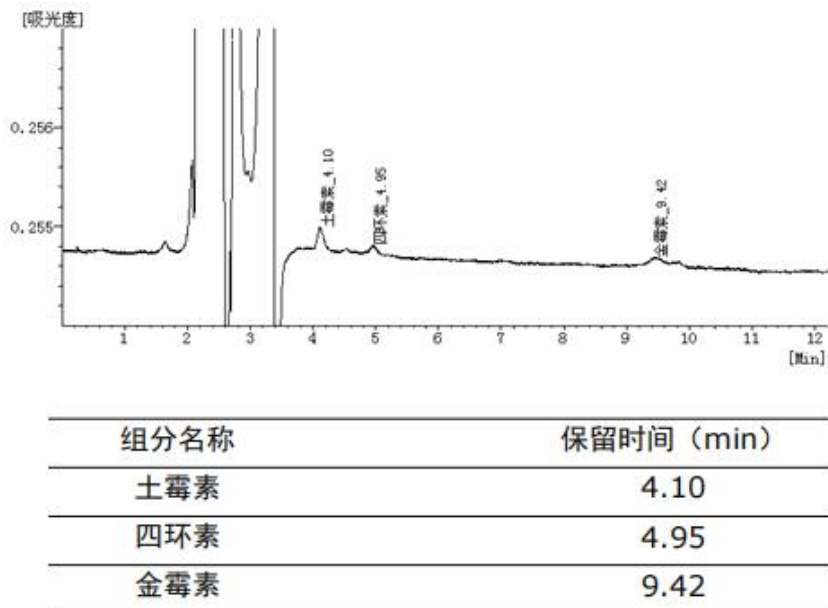


图 2 样品谱图

## 实验总结

本文建立了利用高效液相色谱测定畜、禽肉中土霉素、四环素和金霉素含量的方法：色谱柱：C18 柱；流动相：磷酸二氢钠（0.01mol/L）+乙腈=25+75；流速：1.0 mL / min；进样量：20  $\mu$ L；紫外检测器，波长 355 nm。柱温：室温。实验证明该方法精密度和准确度好，样品处理简单，适用于常规质量检测。实验中需注意，四环素和土霉素在光照、氧气的条件下易形成降解产物，所以在标样配置中注意使用棕色试剂瓶较好。