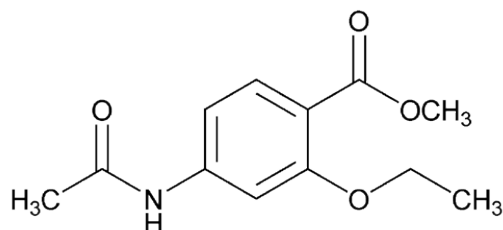


鸡肉中乙氧酰胺苯甲酯的提取与检测

背景

乙氧酰胺苯甲酯(Ethopabate), 是一种是对鸡巨型、布氏艾美耳球虫以及其他小肠球虫具有较强作用的兽药。中华人民共和国农业部公告第 235 号《动物性食品中兽药最高残留限量》规定乙氧酰胺苯甲酯在禽组织中的最高残留限量为: 肌肉 500 $\mu\text{g}/\text{kg}$, 肝和肾 1500 $\mu\text{g}/\text{kg}$, 人体摄入过量的乙氧酰胺苯甲酯会对身体造成极大的损害, 对家禽样品中乙氧酰胺苯甲酯残留量的检测刻不容缓。由于家禽组织样品基质复杂, 干扰较多, 需要对其进行前处理, 降低干扰组分的影响。



乙氧酰胺苯甲酯结构式

适用范围

该方法依照食品安全国家标准-家禽可食性组织中乙氧酰胺苯甲酯残留量的测定 高效液相色谱法 (GB 31660.9-2019), 适用于家禽肌肉、肝脏、肾脏组织中乙氧酰胺苯甲酯残留量的测定。

实验步骤

1、样品制备

依照 GB31660.9-2019 中样品提取方法, 称取试样 5g (准确至 $\pm 20\text{mg}$), 置 50 mL 具塞离心管中, 加乙腈 15 mL, 无水硫酸钠 10 g, 正己烷 10 mL, 涡旋混合 1 min, 振荡 5 min, 4000 r/min 离心 10 min。取下层乙腈于鸡心瓶中备用。沉淀中再加入乙腈 15 mL, 重新提取一次, 合并两次乙腈提取液于同一鸡心瓶中, 45 $^{\circ}\text{C}$ 旋转蒸发至近干。加正己烷-丙酮 (9:1) 5.0 mL 使溶解, 超声 30 s, 摇匀, 转移至 10 mL 离心管, 4000 r/min 离心 10 min, 取上清液备用。

2、净化

SPE 柱活化: SelectCore Florisil 100mg/1mL 固相萃取柱, 依次加入 5.0 mL 甲醇和 5.0 mL 正己烷活化;

上样: 加入步骤 1 中制备好的上清液 1 mL;

淋洗: 待滤液完全流出后, 使用 3.0 mL 正己烷淋洗, 抽干小柱, 弃去全部淋洗液;

洗脱: 用 1.0 mL 甲醇洗脱, 抽干小柱, 收集全部洗脱液;

洗脱液经 0.45 μm 有机滤膜过滤后用于液相色谱分析。

3、液相色谱仪器条件

色谱柱: ChromCore™ 120 C18, 5 μm

规格: 4.6 \times 250 mm

流动相: A) 水

B) 乙腈

洗脱时间: 0~15 min: 30%B

流速: 1.0 mL/min

柱温: 30 °C

进样体积: 10 μ L

检测波长: 270 nm

实验谱图及加标回收率数据

实验谱图

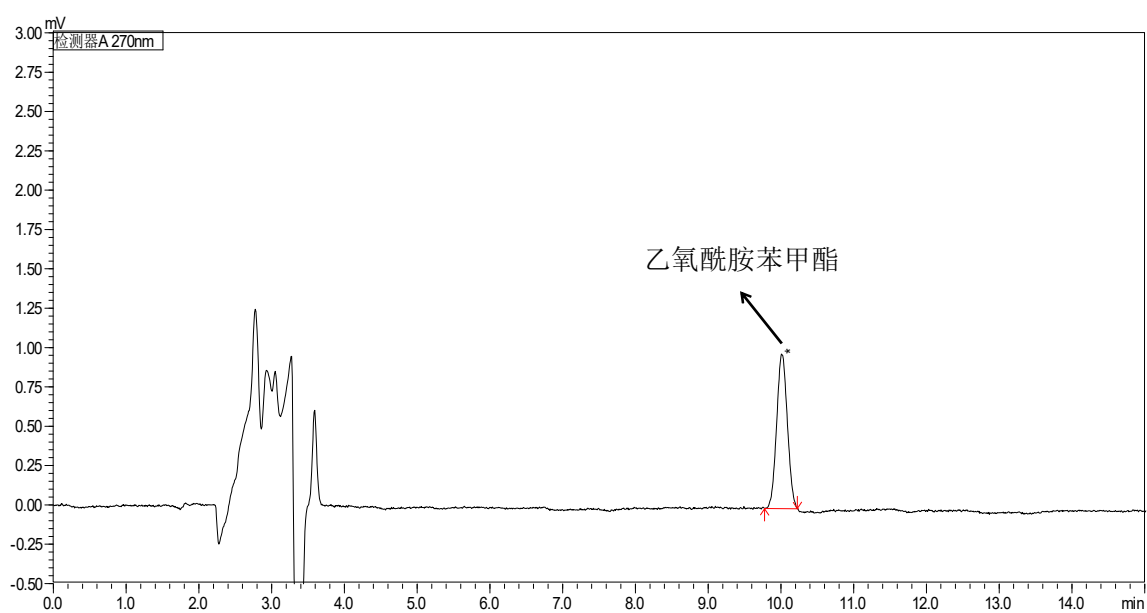


图 1 乙氧酰胺苯甲酯标准品色谱图

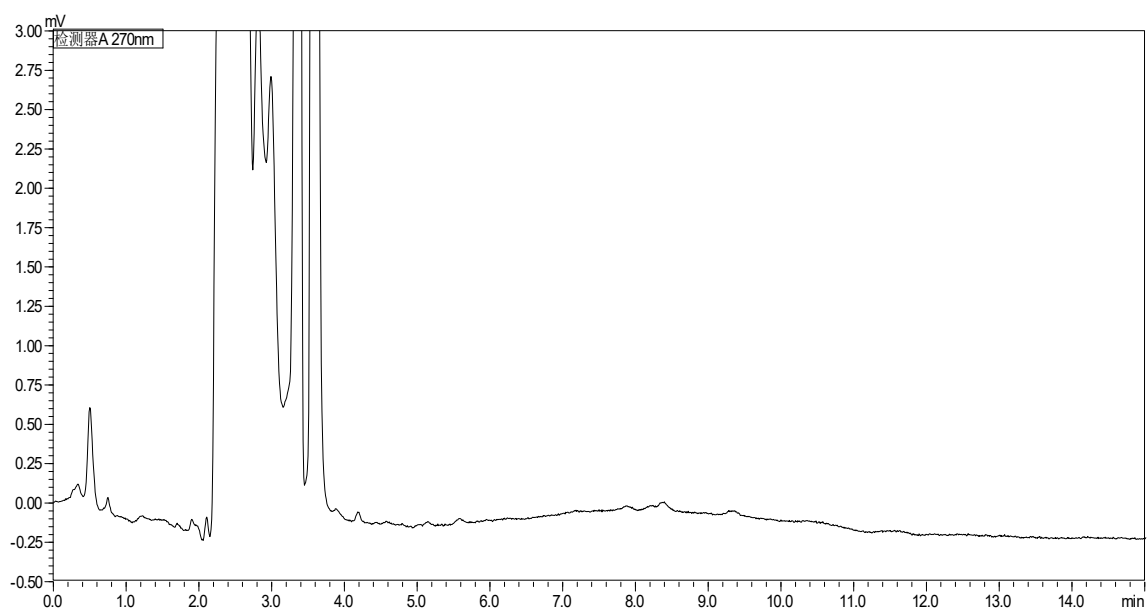


图 2 鸡肉样品色谱图

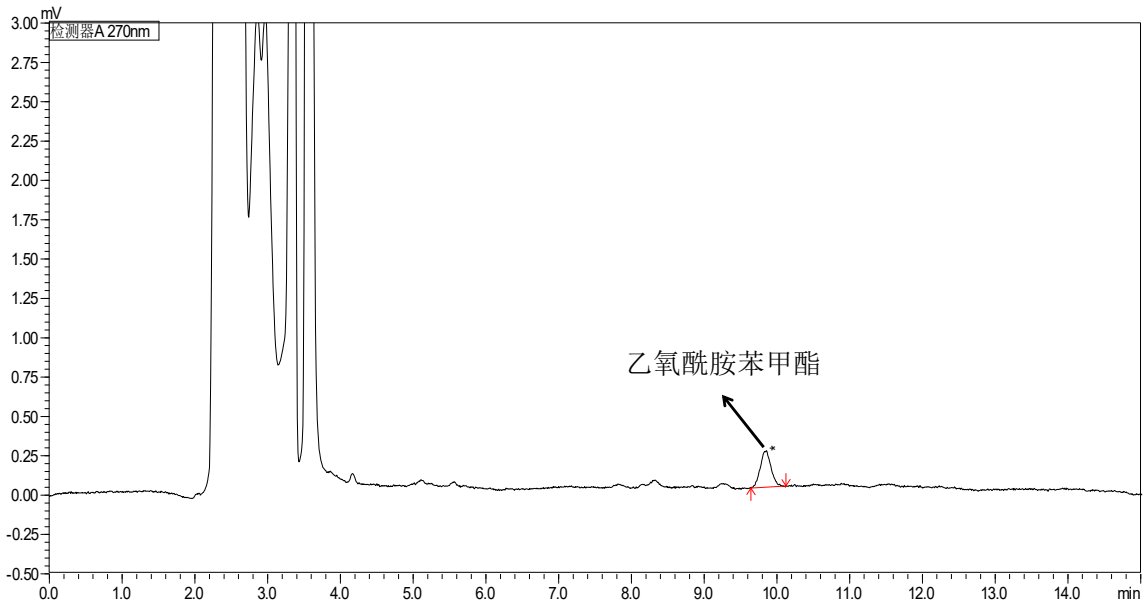


图 3 鸡肉样品加标（加标量：50 µg/kg）色谱图

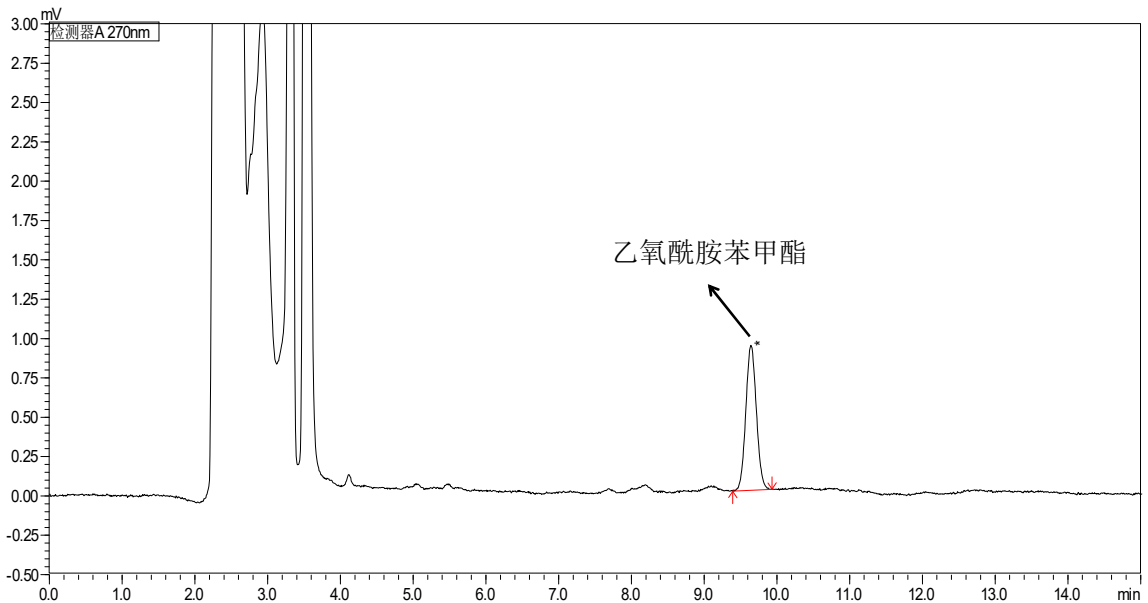


图 4 鸡肉样品加标（加标量：200 µg/kg）色谱图

加标回收率数据

加标量	加标回收率
50 µg/kg	94.34%
200 µg/kg	91.96%

经 SelectCore Florisil 100mg/1mL 净化后的样品，选择 ChromCore 120 C18 5 µm, 4.6×250 mm 分析柱测定，谱图中目标物周围无杂质峰干扰，在定量限 50 µg/kg 和 200 µg/kg 两个浓度水平上，加标回收率都大于 90%，符合测定的要求。