

HPLC 法检测饲料中的喹乙醇

2009 年 3 月 29 日，央视《每周质量报告》报道，连云港市汇农生物科技有限公司生产的鲤鱼饲料因含有违禁药物“喹乙醇”，造成当地养殖鲤鱼大量死亡。农业部办公厅在 2009 年发布了《关于喹乙醇使用监管的通知》，要求各级部门严查饲料生产企业违规添加喹乙醇的行为。

喹乙醇商品名为倍育诺、快育灵，是一种化学合成的抗菌促生长剂，在水产养殖上被广泛使用，但喹乙醇具有蓄积毒性，对大多数动物有明显的致畸作用，对人类身体健康造成安全隐患。因此，喹乙醇在美国和欧盟都被禁止用作饲料添加剂。

本次实验根据国标 GB/T 8381.7-2009《饲料中喹乙醇的测定高效液相色谱法》，采用日立高效液相色谱仪 Primaide 配紫外检测器对喹乙醇进行检测，重现性良好。

● 仪器

- 1) 四元梯度泵 PM1110
- 2) 自动进样器 PM1210
- 3) 柱温箱 PM1310
- 4) 紫外检测器 PM1410
- 5) PSM 色谱工作站。

● 色谱条件

色谱柱：Hitachi LaChrom C18(5 μ m) 4.6mm I.D.x250mm L

柱温：25 $^{\circ}$ C

流速：1.0 mL/min

波长：260 nm

进样量：10 μ L

流动相：甲醇-水，梯度洗脱

● 溶液制备

准确称取一定量喹乙醇标样于 10 mL 容量瓶，用甲醇-水（40:60）溶解并定容，作为贮备液；然后稀释得到浓度为 20 μ g/mL 的标准品溶液，用 0.45 μ m 滤膜过滤，进样测定。

天美（中国）科学仪器有限公司
TECHCOMP (CHINA) LTD.

中国北京朝阳区天畅园 7 号楼 1、3 层
TEL:010-64010651
FAX:010-64060202
E-MAIL :techcomp@techcomp.cn

● 实验结果

1、标样测定

根据 GB/T 8381.7-2009 的色谱条件进行实验，喹乙醇出峰时间为 9.24min，图 1 为喹乙醇标样的色谱图。

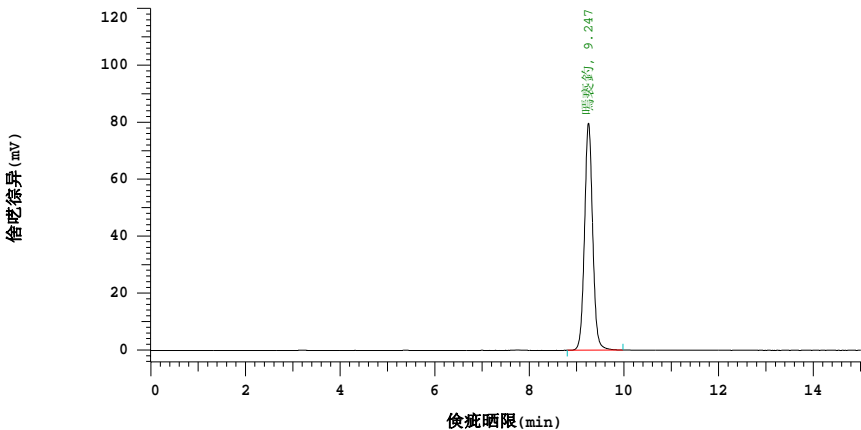


图 1 喹乙醇标样色谱图

2、检测限

对标准溶液逐级稀释，在信噪比 S/N=4 时得到喹乙醇的检测限为 0.01μg/mL。

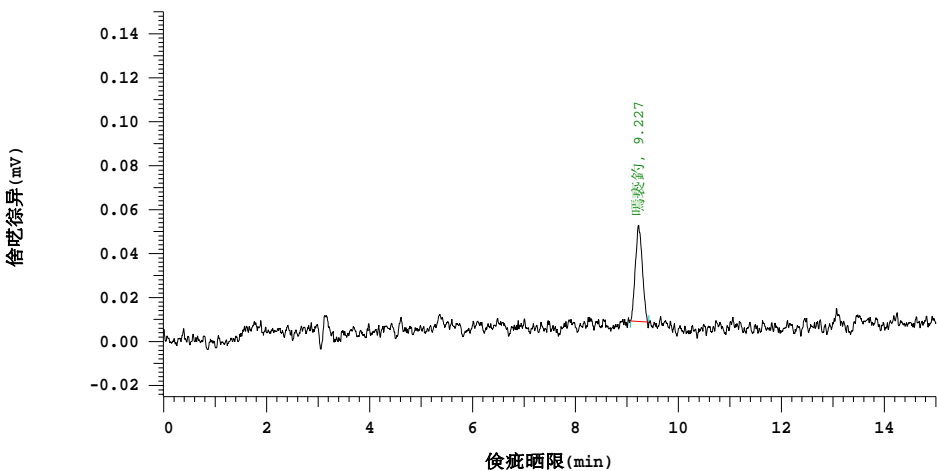


图 2 检测限色谱图

3、重复性实验

对喹乙醇标样溶液重复进样 6 次，峰面积重现性的相对标准偏差为 0.08%，保留时间重现性的相对标准偏差为 0.07%，重现性很好，结果见下表：

表 1 喹乙醇标样峰面积的重现性

	Rep-1	Rep-2	Rep-3	Rep-4	Rep-5	Rep-6	Average	SD	RSD(%)
Area	943111	941741	942459	943621	941768	942738	942573	744	0.08

天美（中国）科学仪器有限公司
TECHCOMP (CHINA) LTD.

中国北京朝阳区天畅园 7 号楼 1、3 层
TEL:010-64010651
FAX:010-64060202
E-MAIL :techcomp@techcomp.cn

表 2 喹乙醇标样保留时间的重现性

	Rep-1	Rep-2	Rep-3	Rep-4	Rep-5	Rep-6	Average	SD	RSD(%)
Area	9.233	9.233	9.233	9.243	9.240	9.247	9.238	0,006	0.066

4、饲料样品检测

某品牌饲料经前处理后测定 在 9.233min 未检测到喹乙醇残留 实验结果见图 3。

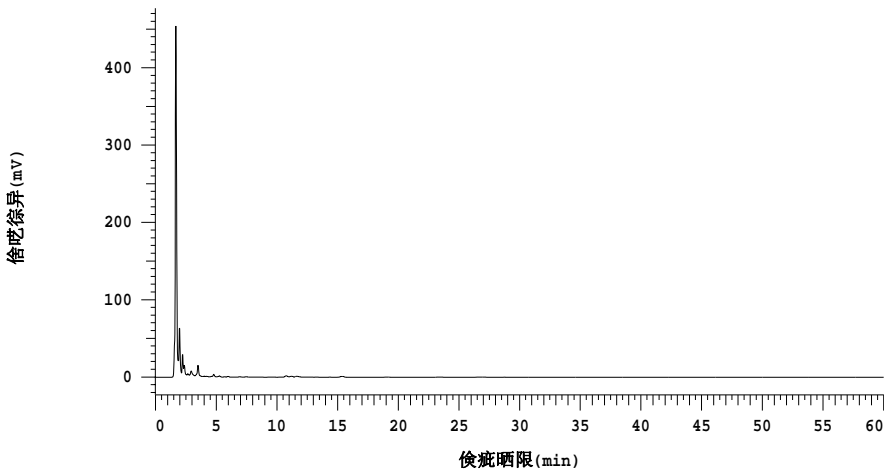


图 3 饲料样品色谱图

● 结论

采用日立高效液相色谱仪 Primaide 四元梯度系统配紫外检测器，在上述色谱条件下喹乙醇和杂质得到很好的分离，重现性良好，最低检测限可达到 0.01 μ g/mL；对饲料实际样品中该项目进行检测，未检出喹乙醇残留，方法简便实用，紫外检测器灵敏度高，适用于常规限量检测。