

## 饲料中金霉素的检测

饲用金霉素是世界上公认有效的饲料添加剂。金霉素可促进生长、改善饲养效率；具有预防疾病、改善消化代谢、抑制有害微生物，促进有益微生物生长的作用。但在饲料的生产中，由于大量使用、不规范使用金霉素和使用假劣药品，有可能导致金霉素超标。

饲料中金霉素含量测定，目前常用的测定方法有高效液相色谱法(HPLC)和微生物法。微生物法较为经典、成本低，但受一些有抗菌活性杂质影响，金霉素含量不一定准确。

高效液相色谱法灵敏度高、专属性强，能够更好地控制四环素、差向金霉素等杂质的含量。本文根据 GB/T19684-2005《饲料中金霉素的测定高效液相色谱法》，采用日立 Primaide 高效液相色谱仪和紫外检测器，检测猪饲料中的金霉素，金霉素和杂质得到很好的分离，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) PM 色谱工作站。

### ● 色谱条件

色谱柱：Hitachi LaChrom C18(5 $\mu$ m) 4.6mmI.D.x250mmL

柱温：25 $^{\circ}$ C

流速：1.0 mL/min

检测波长：375nm

进样量：20  $\mu$ L

流动相：0.01M 草酸水溶液：乙腈：甲醇 =77：18：5

### ● 溶液制备

准确称取一定量金霉素标样于 10ml 容量瓶，用甲醇溶解并定容，作为贮备液；然后稀释得到浓度为 10 $\mu$ g/ml 的标准品溶液，用 0.45 $\mu$ 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

准确称取 10g 饲料样品于 250mL 具塞锥形瓶中，准确加入 100ml 0.05mol/L 盐酸溶液，超声提取 10min 后静置，取上清液于离心管中，10000 转/分钟离心 5min，用 0.45 $\mu$ m 滤膜过滤，进样测定。

## ● 实验结果

### 1、标样测定

根据 GB/T19684-2005 的色谱条件，调节乙腈、甲醇和草酸溶液的比例，在草酸水溶液：乙腈：甲醇 = 77：18：5 的条件下，实际样品中金霉素和杂质峰的分​​离很好，因此选择该比例进行实验，出峰时间为 9.66min，图 1 为金霉素标样的色谱图。

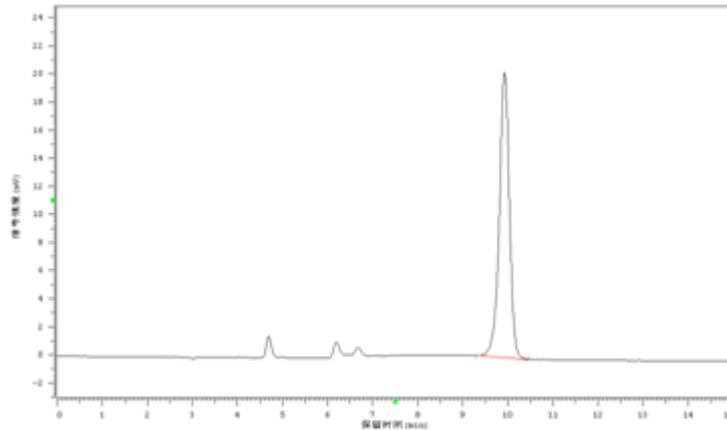


图 1 金霉素标样色谱图

### 2、检出限

对标准溶液逐级稀释，在信噪比 S/N=3 时得到金霉素的检出限为 0.05 $\mu$ g/ml。

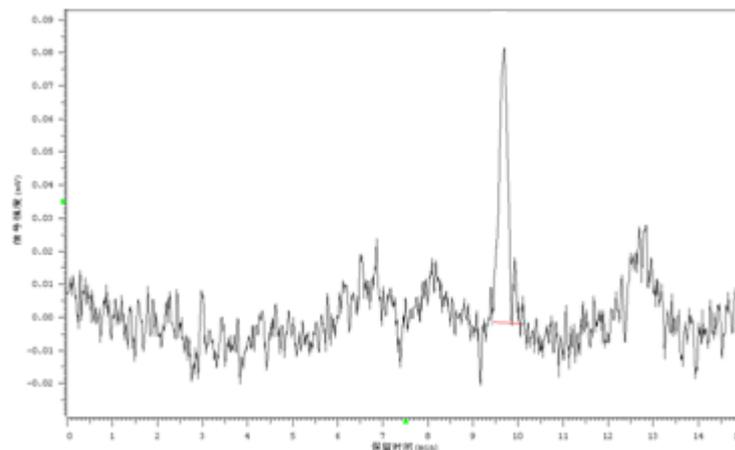


图 2 检出限色谱图

### 3、重复性实验

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

对金霉素标样溶液重复进样 6 次，6 针峰面积的相对标准偏差为 0.13%，重现性很好，结果见下表

表 1 金霉素标样 6 针峰面积的重现性

|      | Rep-1  | Rep-2  | Rep-3  | Rep-4  | Rep-5  | Rep-6  | Average | SD   | RSD(%) |
|------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|---------|------|--------|
| Area | 306018 | 306483 | 305587 | 305483 | 305951 | 305472 | 307499  | 3928 | 0.13   |

#### 4、饲料样品检测

猪饲料经前处理后测定，在 9.66min 未检测到金霉素残留，实验结果见图 3。

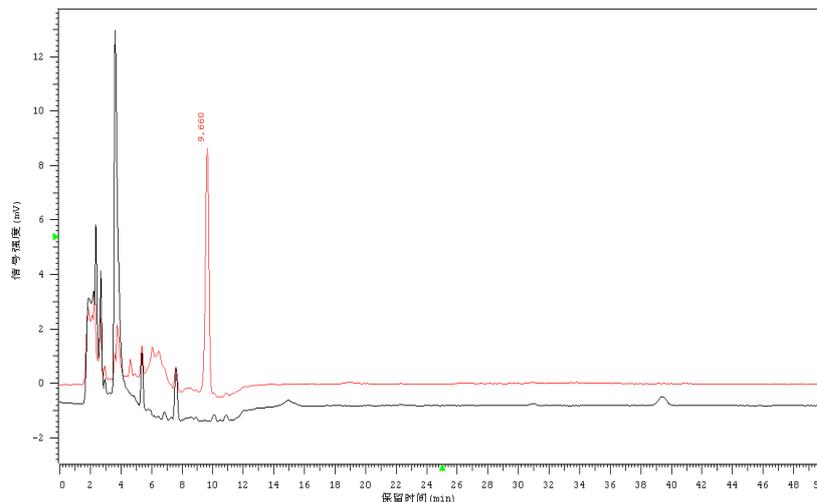


图 3 饲料样品与加标样品重叠色谱图

#### ● 结论

采用日立 Primaide 高效液相色谱仪四元梯度配紫外检测器，准确地测定了金霉素的含量，在上述色谱条件下和杂质得到很好的分离，重现性良好，最低检测限可达到 0.05 $\mu\text{g}/\text{ml}$ ；对饲料样品中该项目进行了检测，未检出金霉素残留，方法简便实用，紫外检测器灵敏度高，适用于常规限量检测。