

## 饲料中氨苄青霉素的检测

氨苄青霉素是兽药行业治疗感染性疾病的一类抗生素，其性质稳定，价格低廉，常被作为饲料添加剂预防疾病的发生，提高饲料转化率，促进动物生长。氨苄青霉素与绝大多数抗生素类药物一样易在动物源性食品中残留，对人体有较大毒害作用。虽然我国已制定《动物性食品中兽药最高残留限量》以及《饲料药物添加剂使用规范》，但兽药残留现象仍然十分严重。

目前，国内外已对氨苄青霉素的残留进行了多方面研究，检测方法包括微生物检测法，免疫分析法，色谱法等。本文根据 GB/T23385-2009《饲料中氨苄青霉素的测定》，采用日立高效液相色谱仪 Primaide 和紫外检测器，检测饲料中的氨苄青霉素。

- 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.x150mmL

柱 温：30 $^{\circ}$ C

流速：1.0 mL/min

检测波长：220nm

进样量：20 $\mu$ L

流动相：0.02M 磷酸二氢钾溶液：乙腈=92：8

- 标准溶液制备

准确称取一定量氨苄青霉素标样于 10mL 容量瓶，用流动相超声溶解并定容，作为贮备液；后用流动相稀释成浓度为 25 $\mu$ g/mL 的标准品溶液，用 0.45 $\mu$ m 滤膜过滤，进样测定。

- 样品溶液制备

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

称取约 5g 饲料样品于 100mL 三角瓶中，准确加入 25mL 提取液（0.02M 磷酸二氢钾溶液+乙腈=19+1）浸湿，摇匀，超声提取 5min，取上清液于离心管中，5000 转/分钟离心 10min；用 0.45μm 滤膜过滤，进样测定。

● 实验结果

1、标样测定

根据 GB/T23385-2009 的色谱条件进行测定，得到氨苄青霉素的出峰时间合适、峰形良好，因此选择该条件进行实验，出峰时间为 8.1min，图 1 为氨苄青霉素标样的色谱图。

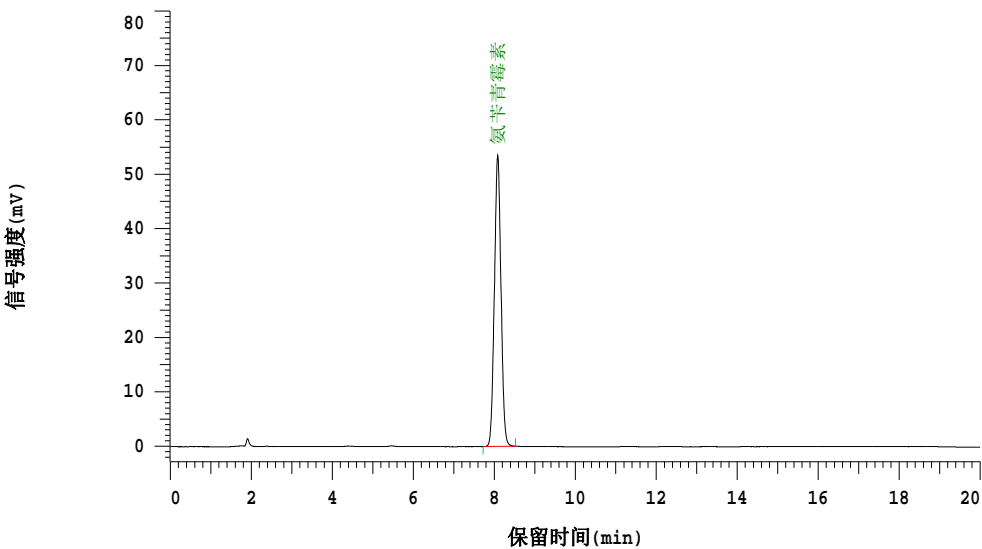


图 1 氨苄青霉素标样色谱图

2、重复性实验

对氨苄青霉素标准溶液重复进样 6 次，6 针峰面积的相对标准偏差为 0.1%，重现性很好，结果见下表

表 1 氨苄青霉素标样 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	600119	599504	600192	599490	599377	598522	599534	604	0.10

3、饲料样品检测

某预混合饲料样品经前处理后测定，实验结果见图 2。

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

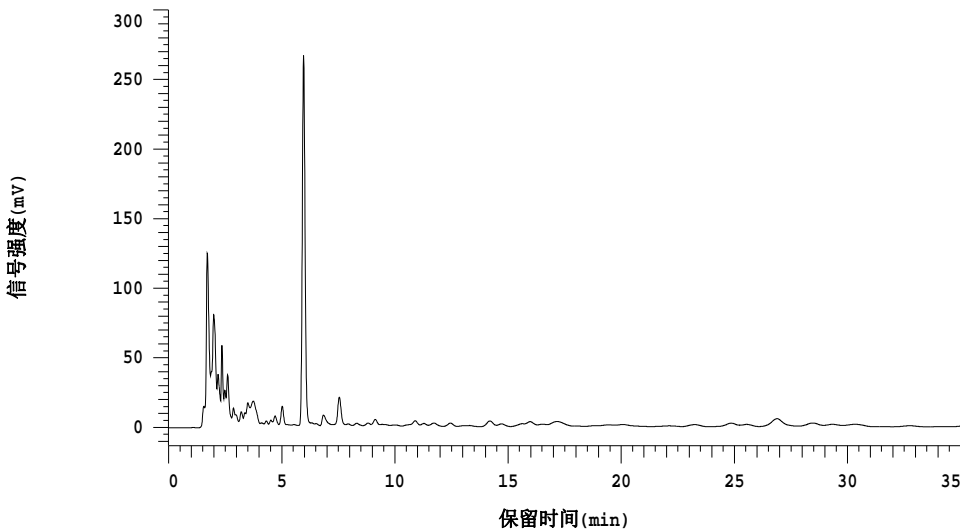


图 2 饲料样品色谱图

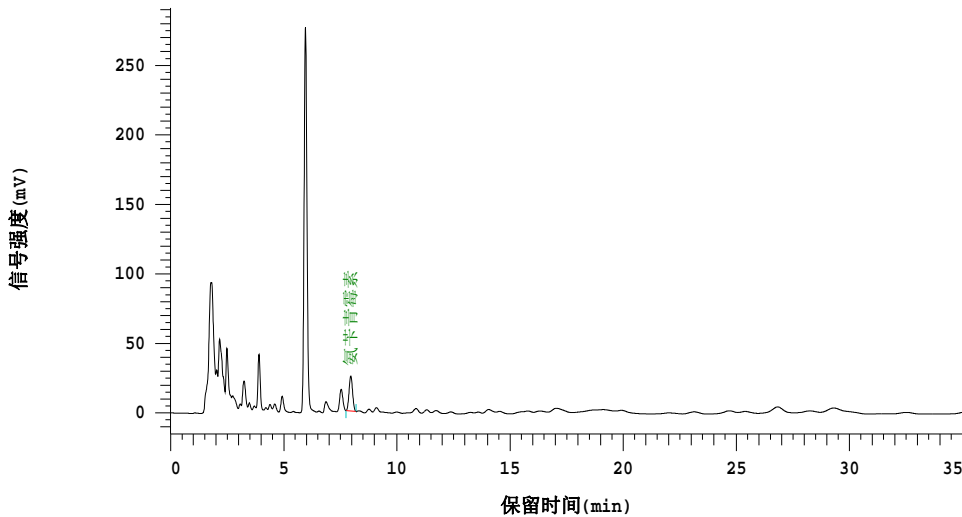


图 3 饲料加标样品色谱图

●

结论

采用日立高效液相色谱仪 Primaide 四元梯度配紫外检测器，准确测定了氨苄青霉素的含量。在上述色谱条件下，可以使被测样品中各峰很好的分离，重现性良好。对饲料样品中该项目进行了检测，未检测到氨苄青霉素残留，方法简便实用，专属性好，适用于常规限量检测。