

蜂蜜中四环素类药物残留量的检测

摘要

本方案参考《GB/T 18932.4-2002 蜂蜜中土霉素、四环素、金霉素、强力霉素残留量的测定方法 液相色谱法》利用莱伯泰科 SPE1000 全自动固相萃取系统进行净化，M64 高通量平行浓缩仪进行浓缩，液相检测建立了一种对蜂蜜中四环素类药物残留进行检测的分析方法。

该方案可以实现自动化、高通量的净化和浓缩，有效避免和减少有机试剂对分析人员造成的健康危害，减少人员用量、减少人为误差。检测结果证明使用莱伯泰科的全自动固相萃取净化、真空平行浓缩仪浓缩，方法准确性好、精密度高、可以实现高通量自动化的检测。

关键词:

蜂蜜；四环素；固相萃取；浓缩；GB/T 18932.4-2002

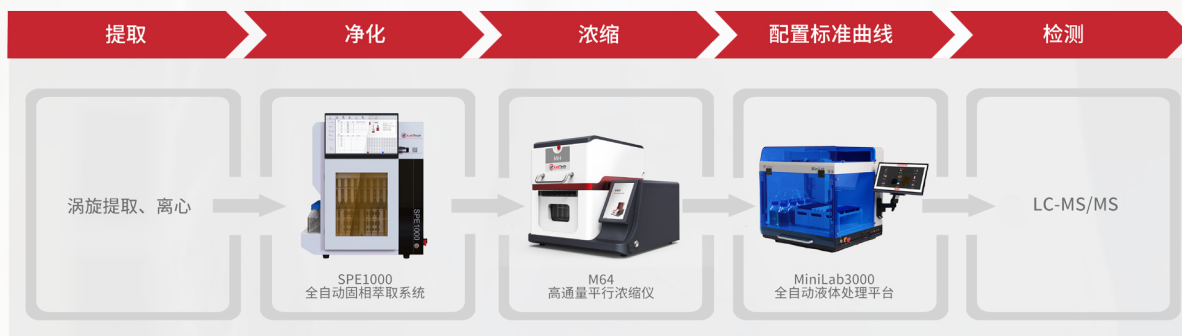
1. 仪器设备

SPE1000 全自动固相萃取系统，莱伯泰科；

M64 高通量平行浓缩仪，莱伯泰科；

MiniLab 3000 全自动液体处理平台，莱伯泰科；

二元高压梯度液相色谱系统，莱伯泰科。



2. 标准溶液配制

取四环素混合标准工作溶液使用 MiniLab3000 全自动液体处理平台进行标准溶液的配制，设置程序，仪器自动配置 0.5、1、2、5、10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准工作曲线。

3. 样品前处理

称取 2.00g 蜂蜜试样，精确到 0.01g，置于 50mL 具塞聚丙烯离心管，加入 10mL 0.1mol/L Na₂EDTA-McIlvaine 缓冲液，于涡旋混匀器上快速混合 1min，再用振荡器振荡 10min，以 5000r/min 离心 10min，待净化。

取上清液 10mL，按照表 1 的方法进行固相萃取富集，收集液置于 M64 中浓缩至近干，然后用流动相 1.0mL 溶解残余物，过 0.22μm 的滤膜并转移至 2mL 进样小瓶中，待测。

表 1 全自动固相萃取仪净化条件（HLB 柱，保留目标物模式）

序号	步骤	溶剂	体积 /mL	流速 (mL/min)	干燥时间 /s
1	活化	甲醇	5	5	0
2	活化	水	10	5	0
3	上样	/	10	5	0
6	淋洗	5% 甲醇水	3	5	180
8	洗脱	10% 甲醇乙酸乙酯	15	2	30

4.HPLC 仪器条件

色谱柱：C18 (250×4.6mm, 5μm)；柱温：30°C；检测波长：350nm；

流动相：乙腈 + 甲醇 + 0.01mol/L 草酸溶液 (2+1+7)；流速：1.0 ml/min；进样量：20 μL；

5. 结果

5.1 色谱图

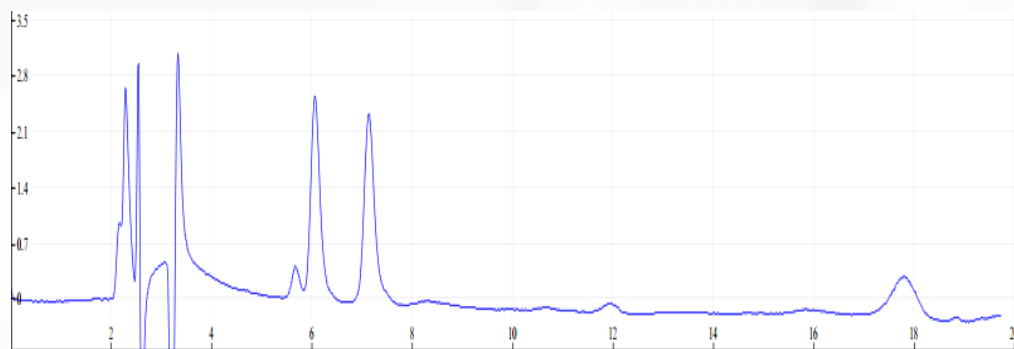


图 1 标准品色谱图

5.2 标准曲线

用 MiniLab 3000 配置的标准曲线，曲线方程及线性相关系数见表 2。

表 2 三种目标物校准曲线

序号	目标元素	校准方程	r
1	四环素	Y=69737X+3785	0.999
2	土霉素	Y=70032X+10258	0.998
3	金霉素	Y=40399X-1779	0.998

5.3 准确性、精密度

通过莱伯泰科 SPE1000 全自动固相萃取净化、M64 高通量平行浓缩对蜂蜜中四环素类物质的前处理，经 HPLC 分析，样品的加标回收率为 90.3~99.1%，RSD 为 2.4~7.7%。

6. 方案特点

莱伯泰科 SPE 1000 全自动固相萃取系统可实现最多八个样品同时上样，收集架可直接放入 M64 高通量平行浓缩仪中进行氮吹浓缩操作，中间无需样品转移可提高实验效率及减少目标物损失，两款仪器使用方法简便、操作灵活，适用于蜂蜜中四环素类物质的检测分析。

参考标准：GB/T 18932.4-2002 蜂蜜中土霉素、四环素、金霉素、强力霉素残留量的测定方法 液相色谱法

售后服务热线

400-070-8778

北京莱伯泰科仪器股份有限公司

地址:北京顺义天竺空港工业区B区安庆大街6号

邮编: 101312

电话: 010-80486450, 1, 2, 3, 4

传真: 010-80486354

www.labtechgroup.com



莱伯泰科公众号