

高效液相色谱法检测四种磺胺类 兽药残留



磺胺类药物

主要用于抗菌消炎，如磺胺嘧啶、磺胺二甲嘧啶、磺胺咪、菌得清、新诺明等。近年来，磺胺类药物在动物性食品中的残留超标现象，在所有兽药当中是最严重的。长期摄入含磺胺类药物残留的动物性食品后，药物可不断在体内蓄积。

磺胺类药物的毒性作用

□ 损害泌尿系统

磺胺类药主要经肾脏排出，在尿中浓度较高，其溶解度又较低，尤其当尿液偏酸性时，可在肾盂、输尿管或膀胱内析出结晶，产生刺激和阻塞，造成泌尿系统损伤，引起结晶尿、血尿、管型尿。

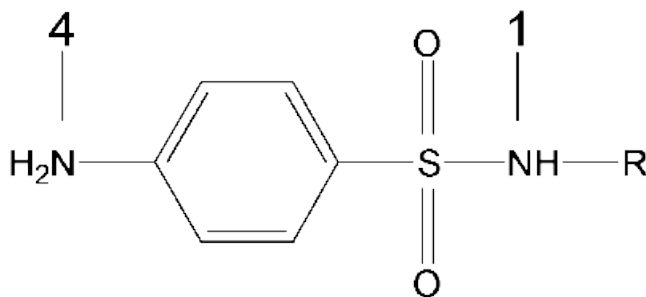
□ 引起过敏反应

□ 抑制造血系统

□ 导致细菌产生抗药性

磺胺类药物结构

- 磺胺类药物的基本结构为对氨基磺酰胺，简称磺胺的衍生物，具有芳氨基和磺酰胺基，多为两性化合物。
- 常用的磺胺类药物的化学结构式：




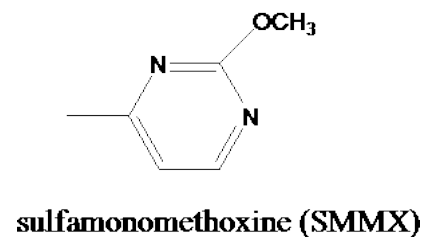
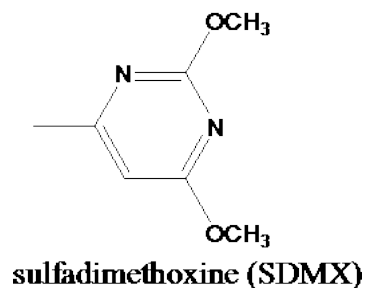
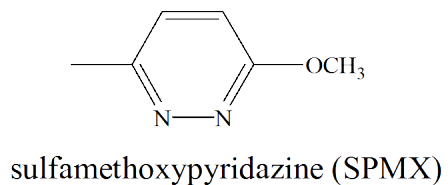
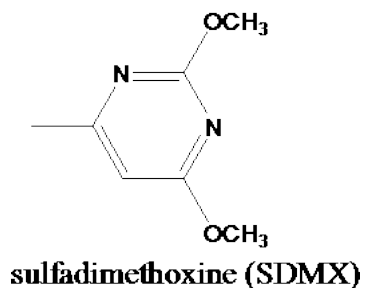
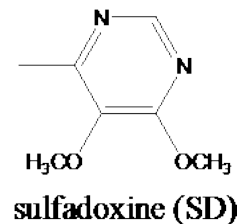
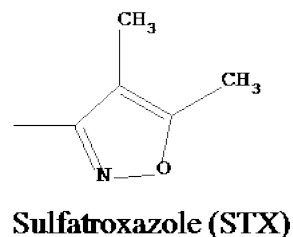
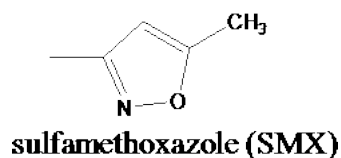
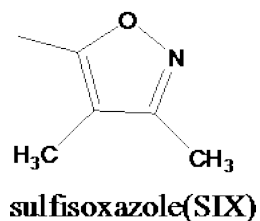
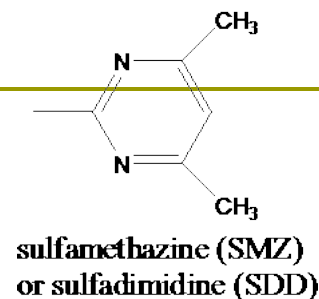
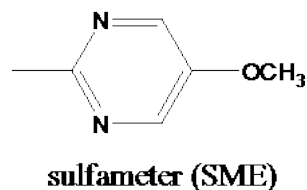
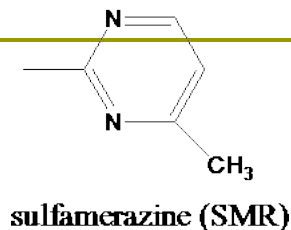
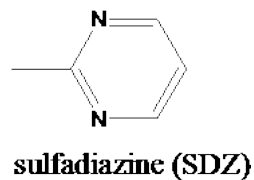
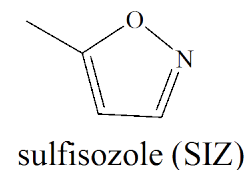
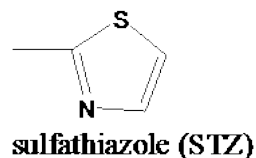
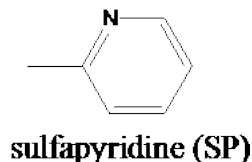
sulfonamide backbone

R

R

R


sulfanilamide (SAN)



磺胺类药物的分子结构

□ 磺胺类药物在兽医临床上的应用

磺胺药对大多数革兰氏阳性和阴性细菌都有抑制作用，在食源性动物的饲养中，磺胺类药物不仅作为兽药被广泛用于兽医临床对细菌感染性疾病的防治，有时也被用作饲料添加剂。

□ 磺胺药的药代动力学

磺胺药主要在肝脏中代谢，常见的方式是在对位氨基处发生乙酰化，其次是羟基化作用。有的磺胺药其乙酰代谢物的水溶性低，易在肾小管内析出结晶，而有些代谢物虽水溶性较高，但在酸性尿中也容易结晶析出，容易引起结晶尿和肾并发症。

磺胺类药物对食品的污染

- 使用过磺胺类药物的动物，如果不遵守适当的休药期，其肌肉组织、蛋和奶中就会被残留的磺胺类药物污染；短期大剂量或长期小剂量给药，很容易造成磺胺类药物在动物各组织中蓄积；
- 当饲料或饮水被磺胺类药物污染后，也可导致动物性食品中磺胺类药物残留量严重超标；
- 很多研究表明猪肉及其制品中磺胺药物超标现象时有发生，特别是致癌性的磺胺二甲基嘧啶残留给人类的健康带来了威胁。

食品中磺胺类药物的最高残留限量

- 英、美等国家对磺胺类药物在肉类及乳品中的允许残留量限制为100 $\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$;
- 欧盟第675/92号令中规定了，在肉类及牛奶中磺胺的最大残留总量不得超过100 $\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$;
- 日本要求的最高残留限量更严格，单个磺胺残留限量为20 $\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ ，最大残留总量不得超过100 $\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$;
- 我国对磺胺类药物在肉类及乳品中的允许残留量限制为100 $\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ 。

提取和净化方法

- 磺胺类药物不易溶于非极性溶剂，而在极性较大的溶剂中溶解性较好，一般常用乙睛、氯仿、二氯甲烷、丙酮、或乙酸乙酯提取。
- 净化方法主要有柱色谱，TLC，液液萃取（LLE），固相萃取（SPE）和基质固相分散萃取（MSPD）等。

磺胺类药物的HPLC法色谱条件

- 常采用反相硅胶柱对待测物进行分离，主要有C18，C8或者C4柱，有时也采用离子对色谱柱。
- 流动相主要由乙睛-水，甲醇-水或者乙睛-甲醇-水按不同比例组成，也有文献报道采用乙醇-水系统。在以上流动相系统中加入适量乙酸或者十二烷基磺酸钠（SDS）常用于提高分离效率。

目前常用磺胺类兽药的检测方法

1. 分光光度法
2. 气相色谱法
3. 高效液相色谱法
4. 酶联免疫吸附分析法
5. 高效液相色谱与质谱联用分析法

实验目的

- 了解检测磺胺类兽药残留的方法，掌握高效液相色谱法检测磺胺类兽药残留的方法；
- 了解高效液相色谱法测定兽药多残留的方法；
- 了解建立高效液相色谱法测定兽药多残留的方法步骤及需要测定的参数。

实验原理

- 磺胺类药物在紫外区（波长一般在250-280 nm）有吸收，可以选择高效液相色谱（配紫外检测器）对上述化合物进行分离，定性定量测定。

仪器与试剂

□ 仪器:

- 岛津高效液相色谱分析仪 配有UV100紫外检测器
- 隔膜真空抽滤器（津腾）
- 超声波清洗器
- 电子天平
- SHB-III 循环水式多用真空泵
- GDYQ-701S 样品提取仪
- 101-3型 电热鼓风干燥箱
- PHS-25 PH计

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：<https://d.book118.com/417025025124006112>