

# 高效液相色谱法测定牛羊组织中碘醚柳胺的残留量

LC-358

**摘要：** 本文使用岛津高效液相色谱仪，参考食品安全国家标准征求意见稿《动物性食品中碘醚柳胺残留量的测定 高效液相色谱法》，建立测定牛羊组织中碘醚柳胺残留量的液相分析方法。该方法分析灵敏度高，仪器定量限为 2.75 ng/mL；在 10-5000 ng/mL 校准浓度范围内，线性相关系数为 0.9995。20 ng/mL 标准溶液连续进样 6 针的保留时间和峰面积的相对标准偏差分别为 0.241% 和 1.959%，重复性良好。加标回收率达到 78.90%~89.36% 之间。该方法准确可靠，分析灵敏度高。

**关键词：** 高效液相色谱 碘醚柳胺 牛羊组织

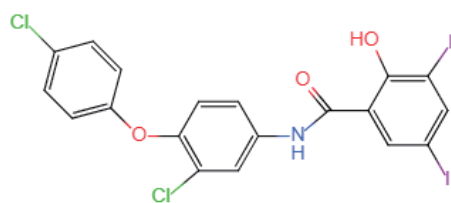
## 技术特点：

- ❖ 灵敏度高，仪器定量限为 2.75 ng/mL，优于标准方法。
- ❖ 分析速度快，10 分钟完成分析，相对于标准，效率提升 80%。

碘醚柳胺 (Rafoxanide) 是一种广谱抗蠕虫药，是控制牛羊肝片吸虫、大片吸虫成虫和幼虫病的高效药物，对血毛线虫、巨片吸虫和羊蝇蛆亦有较好作用。抗肝片吸虫药物碘醚柳胺目前已普遍被用于家禽、猪、牛等的饲料添加剂和兽药中，以预防动物疾病。食品安全国家标准 GB31650 - 2019《食品安全国家标准食品中兽药最大残留限量》中已经明确规定碘醚柳胺在牛羊各

部位中最大的残留限量。

碘醚柳胺残留检测的主要方法为高效液相色谱法或液质联用法，但截至目前国内尚无检测标准，相关文献也较少，本文参考最新的碘醚柳胺测试标准征求意见稿《食品安全国家标准 动物性食品中碘醚柳胺残留量的测定 高效液相色谱法》，针对牛羊肌肉组织，建立高效液相色谱检测方法，为该类药物的残留监测提供参考。



中文名： 碘醚柳胺  
CAS NO： 22662-39-1  
分子量： 626.01

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

本实验采用岛津 LC-40 高效液相系统，具体配置如下：

系统控制器：	CBM-20A	脱气机：	DGU-20A 5R
输液泵：	LC-40AD <sub>XR</sub> ×2	柱温箱：	CTO-40AC
自动进样器：	SIL-40AC <sub>XR</sub>	检测器：	RF-20A XS
色谱工作站：	absolutions Ver. 5.109		

### 1.2 分析条件

色谱柱： Shim-pack XR-ODS II (100 mm x 3.0 mm I.D., 2.2 μm, P/N:228-41624-92, 岛津(上海)实验器材有限公司)

流动相： A-0.1% 甲酸水； B- 乙腈

流速： 0.6 mL/min



### 3.3 重复性实验

取浓度为 20 ng/mL 的碘醚柳胺标准品溶液，连续进样 6 次，考察重复性。结果显示，保留时间和峰面积的相对标准偏差分别为 0.241% 和 1.959%，重复性良好。

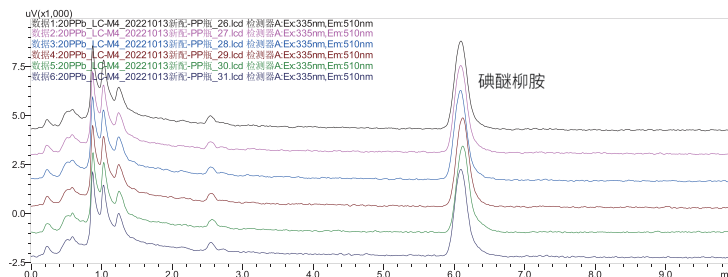


图 3 标准品溶液重复性色谱图 (浓度 20 ng/mL, n=6)

### 3.4 加标回收率

按照 1.2 分析条件和 2.2 前处理条件，取捣碎的牛肉 10 份测试加标回收率，根据标准限值要求，选择 3 个加标浓度（溶液浓度分别为 20 ng/mL、50 ng/mL 和 100 ng/mL），每个浓度水平 3 个平行样，外加 1 份作为样品测试。上机测试发现，牛肉样本未检出碘醚柳胺，样品及加标色谱图见图 4。综合数据发现，3 个浓度水平的回收率均较高，平均回收率在 78.90%~89.36% 之间。回收率结果见表 1。

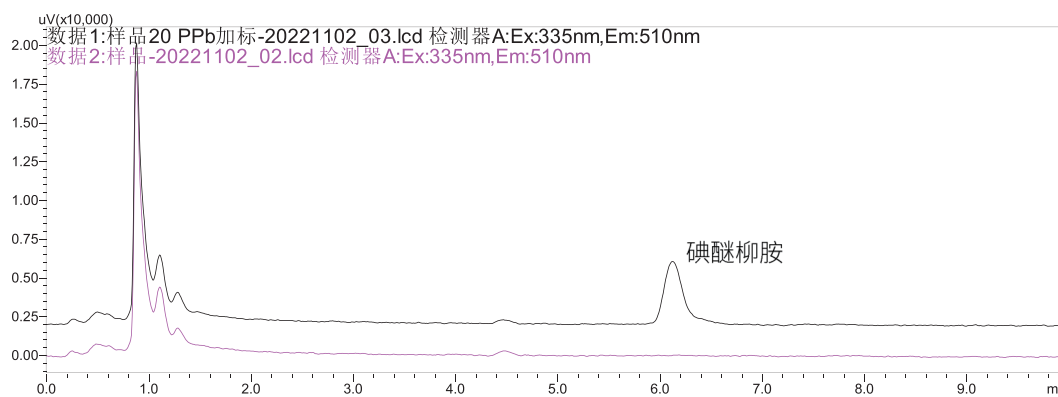


图 4 牛肉样品及其加标样品 (20 ng/mL) 色谱图

表 1 回收率结果

化合物名称	加标浓度水平 (ng/mL)	平行样本编号	测得浓度 (ng/mL)	回收率 %	平均回收率 %
碘醚柳胺	20	1	15.47	77.35	78.90
		2	15.74	78.70	
		3	16.13	80.65	
	50	1	44.17	88.34	86.46
		2	43.67	87.34	
		3	41.85	83.70	
	100	1	93.55	93.55	89.36
		2	88.07	88.07	
		3	86.48	86.48	

## ■ 结论

本文使用岛津高效液相色谱仪建立了一种牛羊组织中碘醚柳胺含量的测定方法，该方法灵敏度高，重复性好，准确度高，稳定可靠。可供相关行业检测人员参考。

岛津应用云

