

紫外光度法测定蜂蜜中残留土霉素和盐酸金霉素的含量

阿布都拉·艾尼瓦尔, 加列西, 阿布都瓦依提·玉苏甫*

(新疆农业大学化学工程学院, 乌鲁木齐 830052)

摘要: **目的** 建立测定蜂蜜中土霉素和盐酸金霉素含量的方法。**方法** 采用紫外光度法测定土霉素和盐酸金霉素的含量。**结果** 在甲醇溶液中, 土霉素和盐酸金霉素的最大吸收波长分别在 364 nm 和 319 nm 处, 在 0.56~6.72 $\mu\text{g/mL}$ 和 1.03~20.60 $\mu\text{g/mL}$ 浓度范围内有很好的线性关系, 回归方程和相关系数分别为 $Y=0.0254X-0.00644$, $r=0.99355$ 和 $Y=0.02391+0.02756X$, $r=0.99493$ 。**结论** 该方法操作简单, 重现性好, 可准确用于蜂蜜样品中土霉素和盐酸金霉素含量的测定, 结果满意。

关键词: 蜂蜜; 抗生素; 药物残留; 紫外光度法

Determination of oxytetracycline and chlortetracycline hydrochloride in honey by ultraviolet spectrophotometry

ABUDULA Ainiwaer, JIA Lie-Xi, ABUDUWAYITI Yusufu*

(College of Chemical Engineering, Xinjiang Agricultural University, Urumqi 830052, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for determining the contents of oxytetracycline and chlortetracycline hydrochloride in honey samples. **Methods** The contents of oxytetracycline and chlortetracycline hydrochloride were determined by ultraviolet (UV) spectrophotometry. **Results** In methanol solution, the maximum absorption wavelengths of oxytetracycline and chlortetracycline hydrochloride were at 364 nm and 319 nm, respectively. It had a good linear relationship between the concentration range of 0.56~6.72 $\mu\text{g/mL}$ and 1.03~20.60 $\mu\text{g/mL}$, and the regression equation and the correlation coefficient were $Y=0.0254X-0.00644$, $r=0.99355$ and $Y=0.02391+0.02756X$, $r=0.99493$. **Conclusion** The method has the advantages of simple operation, good reproducibility, and high accuracy, and it can be used to determine the contents of oxytetracycline and chlortetracycline hydrochloride in honey samples.

KEY WORDS: honey; antibiotic; drug residue; ultraviolet spectrophotometry

1 引言

目前, 食品科学急需解决的一大问题就是食品安全问题。养蜂行业中, 使用不当或过量使用抗菌素类药物会导致其在蜂产品残留, 对人类健康构成威

胁。因此对蜂蜜中残留抗菌素类的检测是食品安全研究领域的一个重要热点, 具有非常重要的意义^[1]。土霉素及盐酸金霉素广泛适用于饲料添加剂和各种动物药物中, 因此动物性食品抗生素的残留也给人体造成了一定的危害。对此, 各国对食品中的抗生素残

*通讯作者: 阿布都瓦依提·玉苏甫, 维吾尔族, 男, 现任新疆农业大学化学工程学院应化系主任, 教授, 硕士研究生导师。主要从事化学工程的教学和膜分离的研究工作。E-mail: wyt4132@sina.cn

留量都有严格规定。在饲养蜜蜂的过程中,人们经常使用带有抗生素的饲料,这对蜜蜂疾病的防治具有良好的效果,同时也造成了蜜蜂中抗生素的残留,对人类健康构成威胁。因此检测蜜蜂中抗生素的含量,是食品安全与否的一个重要指标。

食品中抗生素类药物残留的检测方法有微生物分析法^[2]、高效液相色谱法^[3]、化学发光法^[4]、荧光法^[5]、电化学法^[6]、紫外分光光度法^[7]等。微生物分析法耗时、特异性差,灵敏度不高;高效液相色谱法在抗生素类药物残留检测方面的应用发展很快,但需要一系列繁琐的提取和净化处理步骤,且受仪器设备的限制,难以普及。荧光法灵敏度高,但抗生素属于弱荧光物质,不能在荧光计上直接检测。紫外光谱法因其方法简便、快速、分析精度高而广泛应用于多种食品尤其是蜂蜜样品中土霉素和盐酸金霉素含量的测定^[8]。

2 材料与方法

2.1 仪器

TU-1810型紫外-可见分光光度计(北京普析通用仪器有限责任公司);AL204-IC电子天平(梅特勒-托利多仪器有限公司)。

2.2 试剂

2.2.1 土霉素、盐酸金霉素标准品(纯度 $\geq 99\%$),甲醇。所用试剂均为分析纯(AR),水为二次蒸馏水。

2.2.2 土霉素、盐酸金霉素标准溶液:准确称取10 mg土霉素和盐酸金霉素标准品,溶于甲醇并定容至100 mL容量瓶中,配制成0.1 mg/mL标准液备用。

2.3 材料

蜂蜜样品采购自乌鲁木齐各市场和超市,产地为新疆伊犁,样品数5个。

2.4 实验方法

2.4.1 标准曲线的绘制

(1) 土霉素标准曲线的绘制

精密量取土霉素标准溶液0、0.25、0.50、1.00、1.50、2.00、2.50、3.00 mL分别置于50 mL容量瓶中,用甲醇定容至刻度。静置5 min,以甲醇为空白,在364 nm波长处测定吸光度值,绘制标准曲线(见图1)。

(2) 盐酸金霉素标准曲线的绘制

精密量取盐酸金霉素标准溶液0、0.50、1.00、

2.00、4.00、6.00、8.00、10.00 mL分别置于50 mL容量瓶中,用甲醇定容至刻度。静置5 min,以甲醇为空白,在319 nm波长处测定吸光度值,绘制标准曲线(见图2)。

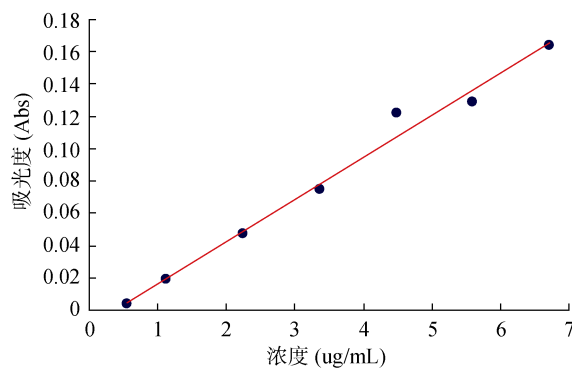


图1 土霉素标准曲线

Fig. 1 The standard curve of oxytetracycline

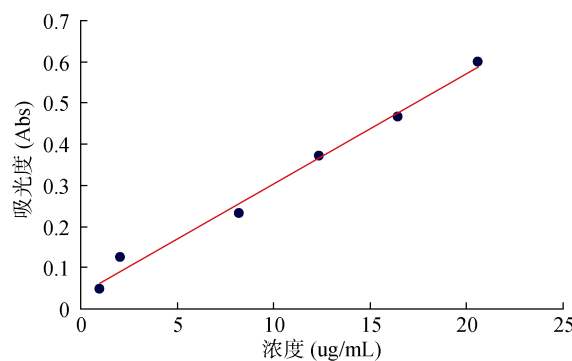


图2 盐酸金霉素标准曲线

Fig. 2 The standard curve of chlortetracycline hydrochloride

2.4.2 样品测定

准确称取样品2 g,置于50 mL容量瓶中,加甲醇溶解,离心3 min,上清液倒入50 mL容量瓶中,沉淀部分用甲醇洗涤,离心3 min,上清液合并到以上容量瓶中,过滤,用甲醇定容至刻度,静置5分钟,以甲醇为空白,在364 nm和319 nm波长处测定吸光度值,与标准曲线比较定量。

3 结果与分析

3.1 紫外吸收光谱

用土霉素与盐酸金霉素标准溶液,在190~900 nm波长范围进行扫描,得到各自的最大测定波长。本文选择364 nm作为土霉素的测定波长,319 nm作为盐酸金霉素的测定波长(见图3、图4)。

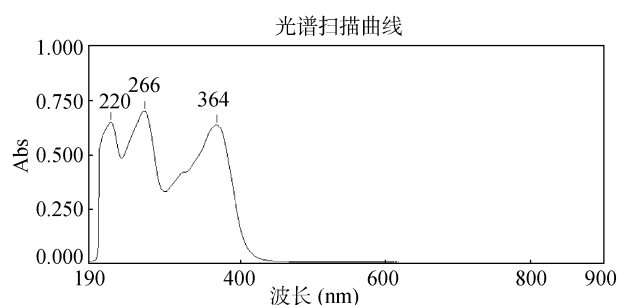


图3 土霉素的紫外吸收光谱

Fig. 3 Ultraviolet spectrum of oxytetracycline

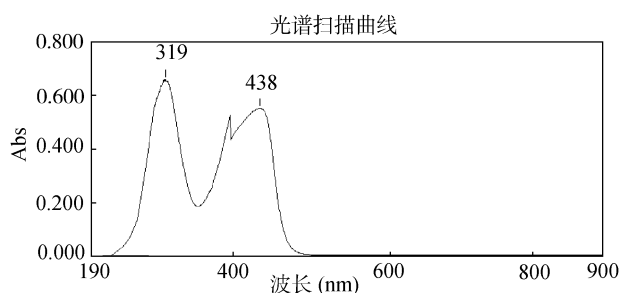


图4 盐酸金霉素的紫外吸收光谱

Fig. 4 Ultraviolet spectrum of chlortetracycline hydrochloride

3.2 标准曲线绘制

根据 2.4.1 的方法制作土霉素和盐酸金霉素的标
准曲线,并得到线性回归方程 $Y=0.0254X-0.00644$,
 $r=0.99355$ 和 $Y=0.02391+0.02756X$, $r=0.99493$ 。表明
吸光度和土霉素、盐酸金霉素的浓度之间有很好的相
关性。

3.3 精密度实验

按 2.4 试验方法,对土霉素和盐酸金霉素的同
一样品分别测定 10 次,计算得到的 RSD 结果分别为
0.53%和 0.47%,表明该方法具有良好的精密度。

3.4 稳定性实验

在选择的最佳实验条件下,将新配制的土霉素
和盐酸金霉素溶液每隔 5 min,在 364 nm 和 319 nm
波长处测定吸光度值,结果表明 15 min 以内吸光度
值均无明显变化。

3.5 样品测定结果及加标回收率

本实验所购 5 个市售蜂蜜样品中土霉素和盐
酸金霉素的含量测定结果及加标回收率实验如表 1
所示。

4 结 论

随着我国加入 WTO,加强了对食品卫生的监督

表1 样品测定结果及加标回收率($n=3$)

Table 1 Results of recovery experiments

样品号	土霉素 (mg/kg)	回收率 (%)	盐酸金霉素 (mg/kg)	回收率 (%)
1	68	90.0	333	93.1
2	36	86.4	247	90.5
3	16	89.7	156	89.9
4	294	91.0	1420	95.2
5	9	85.3	256	91.3

管理,检测技术日益趋向于高技术化、系列化(多残
留)、速测化。蜂蜜中抗菌素类药物残留的检测,应
根据工作条件和要求,选择合适的分析方法。紫外光
谱法因其重复性好、仪器普及、简便快速而广泛应
用于各种检测中。本方法对蜂蜜中抗菌素类药物残
留土霉素和盐酸金霉素的测定具有一定的应用价值。

参考文献

- [1] 张桂凤,游勇基.蜂产品中四环素类药物残留检测方法研究
进展[J].海峡药学,2010,22(8):6-8.
- [2] 刘兴泉,冯震,姚蕾,等.采用高通量微生物法和 HPLC 法检
测猪肉中四环素和磺胺类抗生素残留[J].食品与发酵工业,
2011,37(4):194-196.
- [3] 赵冬梅,龙清平,赵文华.高效液相色谱-紫外检测法分析蜂
蜜中四环素类药物的残留[J].江西化工,2009,6(2):69-71.
- [4] 裴翠锦,章竹君,刘伟.微流动注射芯片化学发光法检测鱼虾
中的四环素[J].分析测试学报,2006,25(3):83-85.
- [5] 高红,赵一兵,郭祥群.一种测定四环素类抗生素的光谱新方
法[J].光谱学与光谱分析,2006,26(3):488-490.
- [6] 邢晓平.毛细管电泳-电化学检测法测定鸡蛋中残留四环素类
抗生素[J].食品科学,2007,28(10):470-472.
- [7] 文志刚,赵书林,罗骏.紫外光谱法测定四环素和金霉素[J].
化学世界,2009,(2):213-214.
- [8] 谭峰,郎惠云,李媛,等.差分分光光度法测定药物制剂中的
四环素[J].分析试验室,2000,19(6):33-34.

(责任编辑:张宏梁)

作者简介



阿不都拉·艾尼瓦尔,维吾尔族,男,
1960年出生,新疆伊犁人。1983年新疆大学化
学系分析化学专业本科毕业。现新疆农业大学
化学工程学院副教授,基础化学系主任。从事
分析化学教学和研究工作近30年。



阿布都瓦依提·玉苏甫,维吾尔族,男,
现任新疆农业大学化学工程学院化系主任,
教授,硕士研究生导师。主要从事化学工程的
教学和膜分离的研究工作。

E-mail: wyt4132@sina.cn