

HPLC方法分析猪肉中喹喔啉-2-羧酸

卡巴氧是一种用于猪体中的合成抗菌剂，在体内经中间体快速代谢为喹喔啉-2-羧酸。卡巴氧在食品中的残留难以检测，其试验法是以喹喔啉-2-羧酸为分析对象，在日本的肯定列表中指定HPLC法（定量试验）和

LCMS法（确认试验）。

本文介绍猪肉中喹喔啉-2-羧酸的分析例。作为参考，还进行了卡巴氧的同时分析。

■ 标准样品的分析

图1表示卡巴氧（以下简称为 CDX ）以及喹喔啉-2-羧酸（以下简称为 QCA ）的结构式。

图2表示CDX和QCA的各50 μ g/L 标准

溶液的色谱图。CDX使用N,N-二甲基甲酰胺（DMF）、QCA使用乙腈分别配制1000 mg/L 的标准原液，使用流动相进行稀释配制。（样品溶剂的DMF约3.6 min出峰。）

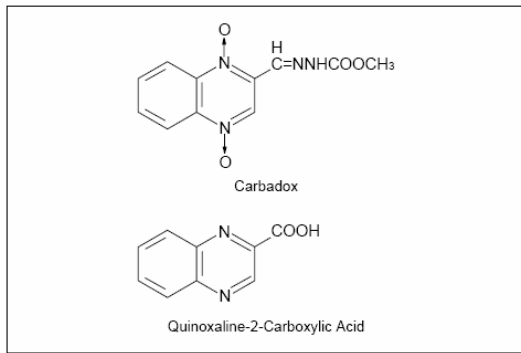


图1 CDX以及QCA的结构式

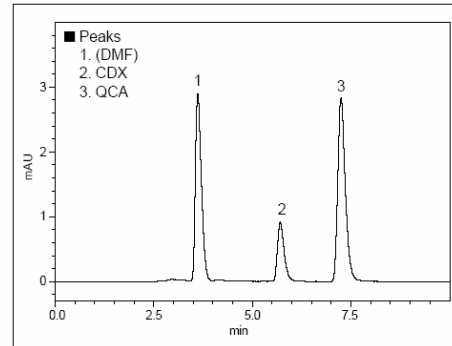


图2 CDX以及QCA的色谱图
(50 μ g/L, 50 μ L进样)

表1表示分析条件。

表1 分析条件

色谱柱	: L-column ODS 5 μ m(4.6mmI.D. ×150mmL.)	=4/1(v/v)
预柱	: Shim-pack GVP-ODS(4.6mmI.D. ×10mmL.)	流速 : 0.6mL/min
流动相	: 磷酸盐缓冲液 (pH 2.5) */乙腈	进样量 : 50 μ L
		柱温 : 40 $^{\circ}$ C
		检测器 : SPD-20A at 245nm

*称取 KH_2PO_4 1.38g, 加水 800mL 溶解, 用 H_3PO_4 调节至 2.5, 加水至 1000mL。

■ UV吸收光谱

图3表示QCA以及CDX标准品的UV吸收光谱。由图可知QCA在245nm附近具有最大吸收波长。

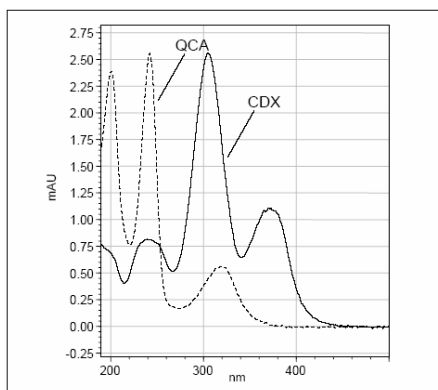


图3 UV吸收光谱

大吸收波长。

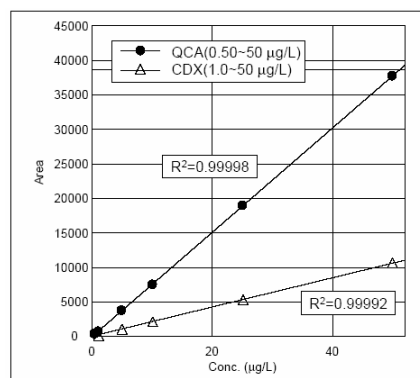


图4 线性

■ 线性

图4表示QCA (0.50~50µg/L)以及CDX (1.0~50µg/L)的工作曲线(50µL 进样时)。

两成分的相关系数都在0.9999以上, 显示出良好的线性。

■ 标准样品的高灵敏度分析

图5表示50µL进样CDX和QCA 的各0.50µg/L以及各5.0µg/L标准溶液进行分析的

结果。5.0µg/L标准溶液的QCA的面积重现性 (n=6) 为CV=1.51 %。

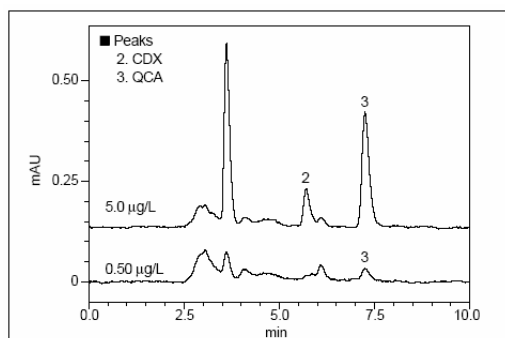


图5 CDX以及QCA的色谱图
(0.50µg/L, 5.0µg/L, 各50µL进样)

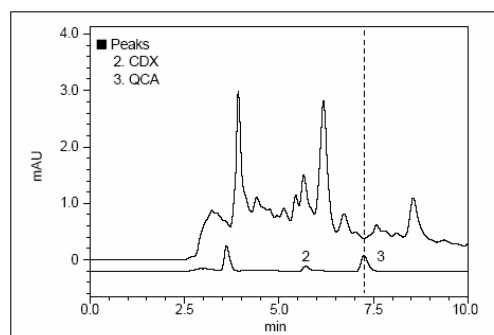


图6 猪肉的分析 (各50µL 进样)
(上段: 猪肉, 下段: 5.0µg/L 标准溶液)

■ 猪肉的分析

图6表示按照肯定列表进行前处理的猪肉样品进样50µL的分析结果。下段是各5.0µg/L 标准溶液 (猪肉中换算, 相当于

0.001 ppm) 50µL 的分析结果。

QCA的洗脱位置以虚线表示。

注: 数据出自日本CSC