

猪肉中增瘦倍多肉残留量测定

王保莉 曲东
(中心实验室) (基础部)

摘要 本文将电荷转移分光光度法用于新型猪饲料添加剂——增瘦倍多肉的测定。以碘-二氯乙烷作为电荷接受体,选择293.5nm作为检测波长,在1~25ppm服从Beer定律。其回收率为91%~106%。并首次报告了不同饲养条件下猪肉中的残留量。

主题词 分光光度法,猪肉,苯乙醇(P)+苯乙胺(P)+特丁基+仲胺/残留量测定

增瘦倍多肉(Zensobiterol, 暂定名)作为饲料添加剂,其作用与克仑特罗(Clenbuterolum)类似。结构上属于苯乙醇胺衍生物(化学名称2-叔丁胺基-1-苯基-乙醇,简称为PTBAE)。苯乙醇胺衍生物的分析方法已有一些研究^[1-5],但肌肉中残留量的测定未见报道。Taha认为电荷转移分光光度法可增进麻黄碱类物质的吸光系数^[6]。我们在Taha的基础上,用碘-二氯乙烷-电荷转移分光光度法发现含PTBAE的猪肉在293.5nm处有一强吸收峰。见图1。摩尔吸光系数为 1.6×10^4 。在1~25 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 范围内服从Beer定律。适合于生物样品中微量组分的测定。

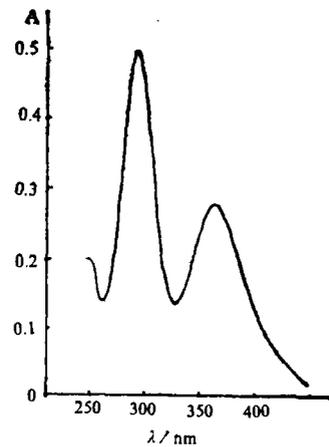


图1 PTBAE吸收曲线
I₂-电荷转移法, 8.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$

1 实验部分

1.1 仪器及试剂

瑞士UVIKON 810分光光度计,样品粉碎机,康氏振荡机,离心机,1,2-二氯乙烷(A.R.),碘-二氯乙烷溶液 10^{-3}M ,PTBAE标准溶液1 mg/mL ,无水硫酸钠(A.R.),0.1N硫酸溶液。

1.2 样品处理

鲜肉样在80℃下烘干24h制成风干样。粉碎。称取2.000g于50 mL容量瓶中,加入0.1 N H_2SO_4 和二氯乙烷各10 mL。置振荡机上振荡提取30 min。用离心机分离,完全取出水相于分液漏斗中。残渣再加入5 mL 0.1 N H_2SO_4 提取1次。分离、取出水相合并。将分液漏斗中的0.1 N H_2SO_4 提取液用5 mL二氯乙烷洗涤1次,弃去有机

收稿日期: 1989-08-22

相。用1N KOH调水相的pH至10。然后加入二氯乙烷10.00 mL,摇动5 min。分离有机相并收集于具塞试管中。再加入5.00 mL二氯乙烷萃取水相,分离有机相并合并收集于具塞试管中。加2g无水Na₂SO₄干燥除水。得二氯乙烷提取液,待测定。

1.3 电荷转移分光光度法测定

在10 mL容量瓶中,加入1.00 mL 10⁻³ M碘液,用二氯乙烷定容,作为空白。取提取液5.00 mL于10 mL容量瓶中,加入1.00 mL 10⁻³ M碘液,用二氯乙烷定容,置25±1℃水浴中保温反应30 min,取出后立即在293.5 nm波长下测定吸光度。利用标准工作曲线求含量。

2 结果与讨论

2.1 标准工作曲线制备

采用标准添加法配制标准系列,测定吸光度。按在一定量肉样中添加的PTBAE标准量与测得吸光度A值作标准工作曲线。测定数据见表1。以比色液含标准的浓度为x坐标,吸光度为y坐标计算标准回归方程式为:

$$y = 0.0615x + 0.0268$$

线性相关系数r为0.9998。

2.2 回收试验

分别在2.000 g风干肉样中添加标准PTBAE 400 μg, 800 μg,其测得回收率在91%~106%(见表2)。

表1 肉样中添加不同量标准品测得吸光度值

| 样品编号 | 添加标准品量(μg) | 比色液含标准品浓度(ppm) | 吸光度 |
|------|------------|----------------|-------|
| 1 | 0.00 | 0.00 | 0.028 |
| 2 | 100 | 2.00 | 0.153 |
| 3 | 200 | 4.00 | 0.271 |
| 4 | 300 | 6.00 | 0.391 |
| 5 | 400 | 8.00 | 0.514 |
| 6 | 500 | 10.00 | 0.648 |

表2 肉样中回收率值 μg

| 样品编号 | 添加标准量 | 回收值 | 回收率(%) |
|------|-------|-----|--------|
| 1 | 400 | 371 | 92.8 |
| 2 | 400 | 381 | 95.3 |
| 3 | 400 | 425 | 106.0 |
| 4 | 400 | 415 | 104.0 |
| 5 | 400 | 386 | 96.5 |
| 6 | 800 | 732 | 91.5 |
| 7 | 800 | 750 | 93.8 |
| 8 | 800 | 802 | 100.0 |
| 9 | 800 | 773 | 96.6 |
| 10 | 800 | 817 | 102.0 |

2.3 共存物质干扰

在肉样中,肾上腺素类化合物普遍存在,从结构上看,与待测的PTBAE有相似的官能团。实验中我们用硫酸肾上腺素、重酒石酸去甲肾上腺素、异丙肾上腺素针剂与PTBAE作对比,发现上述药品在pH 10介质中均转变为橙棕色的醌式结构,并能留在水相中而不被二氯乙烷萃取。所以这些形式并不干扰本方法对PTBAE组分的测定。但是,从理论上推测其主要的两类代谢产物:去甲间甲肾上腺素硫酸或葡萄糖醛酸酯,间甲肾上腺素硫酸或葡萄糖醛酸酯将可能对测定有影响。本法采用空白肉样作对照,将此

类干扰作为背景扣除。但背景值又因动物个体差异较大,致使分析结果的准确度、精密性受到一定的影响。故有待于进一步研究改进。

2.4 残留量测定结果

对不同服药量处理的42个猪肉风干样分析结果列于表3、表4中。喂药从50 kg体重开始,连续喂至90 kg体重,服药天数平均为60d。立即杀猪取样,无停药期。由于猪个体日增重不同,致使服药天数也略有不同。每个样品均为3次平行测定。

表3 猪场甲饲养猪肉干样分析结果

$\mu\text{g/g}$

| 组别 | 样品头数 | 药剂水平* | 测得值 | 残留量 |
|----|------|-------|------------------|------|
| 1 | 6 | 0 | 9.08 ± 4.54 | 对照 |
| 2 | 6 | 10 | 8.96 ± 5.40 | 0.00 |
| 3 | 6 | 25 | 11.68 ± 6.27 | 2.60 |
| 4 | 6 | 35 | 11.77 ± 6.09 | 2.69 |

* 指每公斤饲料中添加的PTBAE药品的mg数,用ppm浓度表示。

表4 猪场乙饲养猪肉干样分析结果

$\mu\text{g/g}$

| 组别 | 样品头数 | 药剂水平 | 测得值 | 残留量 |
|----|------|------|-----------------|------|
| 1 | 6 | 0 | 6.70 ± 1.27 | 对照 |
| 2 | 6 | 10 | 7.01 ± 1.51 | 0.31 |
| 3 | 6 | 25 | 8.52 ± 1.76 | 1.82 |

由分析结果可见,在不同的药剂水平处理中,随着PTBAE饲喂量增大,残留量也随之有所增加。

实验中的全部样品均由畜牧系路兴中教授提供。文章经路教授审阅并提出宝贵意见。分析方法由曲尔复教授指导,药理方面多次请教扈文杰副教授。谨此致谢。

参 考 文 献

- 1 安登魁等. 药物分析, 第二版. 北京: 人民卫生出版社, 1988. 99~112
- 2 金智珠等. 麻黄素及中成药中麻黄碱的气相色谱测定. 药物分析杂志, 1987, 7(3): 174
- 3 陈国珍. 荧光分析法. 北京: 科学出版社, 1975. 309~321
- 4 Salem F B, Walash M I. Spectrophotometric Determination of Certain Sympathomimetic Amines. *Analyst*, 1985, 110: 1125~1129
- 5 Tompsett S L. The Detection of Ephedrine in Biological Material by UV Spectrophotometry. *Analyst*, 1967, 92: 535~543
- 6 Taha A, Gomaa C S. Analysis of Alkaloid Mixtures by Charge-Transfer Complexation. *J. Pharm. Sci.*, 1976, 65(7): 986~991
- 7 中华人民共和国农林部. 兽药规范. 北京: 农业出版社, 1978. 第一部: 186~187; 第二部: 297~298

Determination of Residual Amount of Zensobiterol of Pork

Wang Baoli

Qu Dong

(Centre Laboratory)

(Department of Basic Course)

Abstract Zensobiterol as a new pig feed additive was determined by a Charge-Transfer Spectrophotometry in this paper. Using iodine in ethylene dichloride as the acceptor, wavelength for the detection was 293.5 nm and Beer's Law was obeyed over the range 1 to 25 ppm. The recovery was between 91% to 106%. The residual Zensobiterol in pork under different feeding condition has been first reported.

Subject words spectrophotometry, pork, phenylethyl alcohol (p) + phenyl-
thylamine (p) + tert. -butyl group + secondary amine / deter-
mination of residual amount