喹乙醇在罗非鱼肌肉组织的残留初探

张素青 李连庆 李宝华 王彦怀 缴建华 (天津市水产研究所 天津 300221)

摘 要 应用空白罗非鱼,做鱼体喹乙醇残留试验。试验分为三组。一组为不食用添加喹乙醇饲料的鱼,另外两组为食用添加不同量喹乙醇的饲料的鱼,添加量分别为50.0mg/kg、250.0mg/kg。喂养15天后,应用液相色谱分析方法测定鱼肌肉组织的残留。第一组未检出喹乙醇。第二组和第三组在体内均有残留。并且与饲料的含量呈正比。连续测定5天后改喂第一组鱼食用的饲料,在24h内喹乙醇残留减少,在48h就未测出喹乙醇的量。

关键词 喹乙醇 罗非鱼 肌肉 残留

喹乙醇(N-羟乙基-3-甲基-乙-喹啉酰胺-1,4-二氧化物)为一种化学合成抗菌促生长剂。1965年由德国拜尔公司等首先发现它对动物具有促生长作用'。在水产畜牧业中常用于添加饲料中,作为一种较好的生长促进剂。由于使用超剂量或饲喂时间过长等原因,引起鱼中毒现象时有发生^{2,3}。即也有导致鱼类及牲畜生病的一方面。因此在畜牧上有限量规定,在水产行业上国际欧盟组织规定喹乙醇及其代谢物(3-甲基-喹啉-2-羧酸)不得检出⁴。喹乙醇遇光易分解,鸡、牛、猪食用后在体内会产生一种代谢物质。而鱼食用喹乙醇后,在体内存留多长时间呢?本实验初步揭示喹乙醇在鱼体肌肉组织内的残留时间,以便今后更好的及时的监察、检测鱼体喹乙醇及其代谢物残留量。

1 材料与方法

1.1 试验用鱼

试验用鱼为罗非鱼种取自淡水试验站,鱼体平均重量为 28g,分为三组进行试验。1 # 鱼缸的鱼(20条)投喂不含喹乙醇的饲料,2 # 鱼缸的鱼(20条)投喂喹乙醇的含量为 50.0mg/kg 的饲料。3 # 鱼缸的鱼(20条)投喂喹乙醇的含量为 250.0mg/kg 的饲料。三组鱼分别放入水温 24 下的鱼缸中,每天早上换水量为 1/3,进行冲气喂养,9:00 投喂一次饲料,16 00投喂一次,投喂量为 4~5g/次。

1.2 喹乙醇饲料的制备

饲料规格按鱼种大小要求进行制备,喹乙醇的添加量为0.00、50.0mg/kg、250.0mg/kg,操作在避光下进行。

1.3 喹乙醇的测定方法

喹乙醇的测定采用高压液相色谱的方法。

1.3.1 药品和试剂 乙腈、正己烷、甲醇(均为色谱纯),助滤剂(Celite545),无水碳酸钾(分析纯),喹乙

醇标准品(纯度 > 99 %)。

- 1.3.2 仪器与设备 SSI-22D型高压液相色谱仪 (美国生产)、高速均质器、旋转蒸发器、离心机。
- 1.3.3 外标溶液的配制 准确称取喹乙醇 0.010g,用甲醇定溶 100mL。配成 $100\mu g$. mL^{-1} 的储备液。喹乙醇标准工作溶液浓度为 0.5,1,2,4,8, $10\mu g$. mL^{-1} 测定低限为 0.05mg/kg(鱼肉中) 含量小于 0.05mg/kg(鱼肉中) 即是未检出。
- 1.3.4 分析条件 色谱柱:µ-BondapakC18,10µm, 3.9mm(id) ×300mm,流动相:甲醇+水(1+2),流速 1.0mL/min,色谱柱温度:35 ,检测器波长:380nm。 进样量为 20µL。
- 1.3.5 样品的制备 分别从两组鱼缸中任选 5 条 鱼 ,去皮取背部肌肉约 100g 制样。称取试样约 10g (精确 0.1g)于 250mL 均质杯中 ,加入助滤剂 1g 及乙腈 100mL ,均质 1min ,以 3000~3500r/ min 离心 5min。将上清液到入 250mL 锥形瓶中 ,再向残留物中加入50mL 乙腈 .同样均质、离心后 ,合并上清液。

向上述乙腈提取液中加入无水碳酸钾(吸收肉样中的水分)20g,振摇并放置30min,用玻璃砂心漏斗抽滤。然后向滤液中加入正己烷100mL,振摇5min,静置分层。将乙腈层转移到茄形瓶中,在40水浴中旋转蒸发以除去溶剂。用甲醇2mL溶解残留物,作为待测样品。

2 结果与讨论

2.1 结果

三组实验用鱼在喂养半个月后进行喹乙醇项目的检测,色谱图保留时间为 2.8min,连续测定 5 天后, $2^{\#}$ 、、 $3^{\#}$ 组鱼都停止喂原来的饲料改喂 $1^{\#}$ 组鱼食用的饲料,每天再进行喹乙醇项目的检测,连续测定 5 天(见表 1)。

表 1	三组鱼喹乙醇含量 (mg/kg) 对!	詔
7.C I		***

		第一天	第一天	第三天	 第四天
1 # 缸 (mg/ kg)		<u>- /- / / / / / / / / / / / / / / / / / </u>	<u>- 北二八</u> - 未检出	<u>- ポーハ</u> - 未检出	<u>- 未 日 八</u> - 未 村 出
2 # 缸 (mg/ kg)		0.37	0.34	0.39	0.41
3 # 缸 (mg/ kg)		1, 56	1.60	1.48	1.61
<u>第五天</u>	第六天	第七天	第八天	第九天	第十天
未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
0.44	0.23	未检出	未检出	未检出	未检出

2.2 讨论

经实验得出,试验用鱼在喂养 15 天后,在食用含喹乙醇饲料的鱼体内已经残留一定数量的喹乙醇。按照"1 材料与方法"进行测定,第二组、第三组结果分别为 0.4mg/kg、1.50mg/kg 连续用相同数量的饲料(含喹乙醇)喂养 5 天,且每天进行检测,检测结果非常接近,这说明同等鱼类在个体大小相近的体内残留的喹乙醇含量相等。第六天 2[#]、3[#]两组鱼缸都停止喂含喹乙醇饲料,而改喂 1[#]鱼食用的饲料。同样的方法测定鱼体内的喹乙醇的残留量,1[#]缸未检出,2[#]、3[#]鱼分别为 0.23mg/kg、0.85mg/kg。第七天再检测,均未检出。从以上数据表明鱼类食

用喹乙醇后在体内残留的时间是有限度的。在 24h 内,还有一些残存,在 48h 就完全转变为喹乙醇的代谢物。由于喹乙醇在鱼体内的代谢物的结构还有待研究,标准品还没有出售,因此本试验只能测定喹乙醇在鱼体的残存量及残存时间,以便监查鱼体食用喹乙醇情况。

在测定鱼体内喹乙醇时,要洗净鱼体表面,避免体表含有喹乙醇,在2[#]缸停止喂饲料时,要将鱼缸原有的水全部换掉,以免水中有残留影响测定。喹乙醇代谢物目前尚未有效分析方法,有待进一步研究。

参考文献

- 1 白琦等. 喹乙醇在鱼饲料和鲤鱼组织中的残留量. 水产 科学,2001,(26)6:20
- 2 曾振灵.高效液相色谱法证实喹乙醇中毒J,中国畜牧兽 医学报,1994,14(4):394~395
- 3 曾振灵等. 喹乙醇在鸡组织的消除及残留研究J,中国畜牧兽医学报,1995,(26)4:327~333
- 4 农业部渔业局.中国水产标准汇编无公害食品卷, NY5070~2002:140

The preliminary ana lysis of olaquindox residus in tilapia muscle tissues

Zhang Suqing Li Lianqing Li Baohua Wang Yanhuai Jiao Jianhua (Tianjin fishe riesresearch institute ,Tian jin 300221)

Abstract Apply vacant tilapia to trytoresidual of olaquindox in fish body. The sample tilapia is grouped into three in this experimentation. Group one is fed with feedstuff without olaquindox ,group two and group three are fed with feedstuff corrations of different contents of olaquindox ,the content are 50.0 mg/kg and 250.0 mg/kg separately. Having fed for 15 days , we apply the method of HPLC to determine residual amount of olaquindox in fish tissues. The result is that group one doesn't contain of olaquindox ,group two and group three both do ,also there is a direct proportion between the residual amounts and the content of olaquindox in feedstuff. After continuously being determined for 5 days ,the group two and group three are fed with the feedstuff that fed group one before ,at 24h the residual amount of olaquindox decrease ,after 48h can't be determines.

Key words Olaquindox Tilapia Muscle tissues Residus

(下接第32页)

- 2 C8051F020/1/2/3 Mixed Signal ISP FLASH MCU Family Manual
- 3 潘琢金,孙德龙,夏秀峰. C8051F单片及应用解析,北京:

北京航空航天大学出版社,2002

4 RTL8019Realtek Full - Duplex EthernetController with Plug and PlayFunction (RealPNP) ADVANCE INFORMATION

MCU C8051F020 and its application in instrument of coating defaults of buried pipelines

Hu Xiaoli Jin Shijiu Wu Gang

(State Key Laboratory of Precision Measuring Technology and Instruments, Tianjin University, Tianjin 300072)

Abstract The performance and characteristic of MCU C8051F020 and RTL8019AS are introduced. Take the instrument for detection of coating defaults of buried pipelines for example, hardware and software design are described, and experiment data are given. This device can realize not only traditional data acquisition, but also the communication between small measurement and control system by embedding Ethenet.

Key words C8051F020 RTL8019AS Coating