

卢春霞,刘长彬,唐宗贵,等. 三合激素在奶牛乳中的降解规律[J]. 江苏农业科学,2015,43(11):378-379.
doi:10.15889/j.issn.1002-1302.2015.11.119

三合激素在奶牛乳中的降解规律

卢春霞¹,刘长彬²,唐宗贵¹,王 远¹,康立超¹,罗小玲¹

(1. 新疆农垦科学院分析测试中心,新疆石河子 832000;2. 新疆农垦科学院畜牧兽医研究所,新疆石河子 832000)

摘要:研究三合激素在奶牛乳中的降解规律,试验选择卵巢静止的 9 头泌乳奶牛,随机分为 2 组,5 头为试验组,注射治疗三合激素后,4 头为对照组不注射激素,间隔不同的天数采集每头牛的乳样品。分别采用液相色谱-串联质谱法和气相色谱-质谱法检测乳中激素的残留量。结果表明,14 d 后 3 种激素在奶牛乳中的浓度降至 0.5 ng/g 以下,表明奶牛注射三合激素后 14 d 可降解完全,确定苯甲酸雌二醇的弃奶期为 14 d。

关键词:苯甲酸雌二醇;孕酮;丙酸睾酮;生鲜乳;降解规律

中图分类号: TS201.2 **文献标志码:** A **文章编号:** 1002-1302(2015)11-0378-02

三合激素注射液(tristerone injection)为复方制剂,主要成分包括苯甲酸雌二醇 1.5 mg/mL、孕酮 12.5 mg/mL、丙酸睾酮 25 mg/mL,在奶牛养殖业中主要用于诱导奶牛发情^[1-2]。雌二醇可在动物组织内残留,通过食物链危害人类健康,使女性儿童提前发育,男性儿童乳腺发育呈女性化,男性生殖系统发育异常或引起病变,并导致女性乳腺癌和子宫内膜异位症发生率上升^[3-4]。中华人民共和国农业部公告第 235 号规定,丙酸睾酮和苯甲酸雌二醇允许作治疗用,但不得在动物性食品中检出,孕酮没有限制使用,也无限量标准^[5]。通过测定丙酸睾酮、苯甲酸雌二醇和孕酮在牛奶中的残留,可对药物安全性作出评价,为休药期的制定和提高原料乳质量安全水平提供科学依据。

1 材料与与方法

1.1 材料

1.1.1 试验动物 选择卵巢发育静止、正常泌乳的荷斯坦奶牛 9 头。

1.1.2 试剂与药品 Oasis HLB 固相萃取柱(60 mg/3 mL, Waters 公司);丙酮、正己烷(色谱级,美国 J. T. Baker 公司);乙腈、甲醇、乙酸乙酯、吡啶、异辛烷(色谱级,德国 Merck 公司);甲苯(色谱级,德国 CNW 公司);苯甲酸雌二醇、孕酮、丙酸睾酮标准品购自中国国家标准物质中心;三合激素注射液(2 mL/支,宁波第二激素厂生产)。其他试剂均为分析纯,试验用水为超纯水。

1.1.3 仪器设备 Agilent 1200 高效液相色谱仪,6460 Triple Quad LC/MS 电喷雾串联四极杆质谱仪(美国 Agilent 公司);7000B Triple Quad GC/MS 四极杆质谱仪(美国 Agilent 公司);MS3 basic 涡旋混合器(德国 IKA 公司);3-30K 高速台

式冷冻离心机(德国 SIGMA 公司);R-210 旋转蒸发仪(瑞士步琦公司);KQ-500DB 超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司);优普超纯水制造系统(成都超纯科技公司)。

1.2 方法

1.2.1 给药方法 试验牛头每头肌肉注射 4 支三合激素,注射后 1、2、3、5、9、14 d 采集牛奶。奶样置 -20 ℃ 冰箱中保存待测。

1.2.2 检测方法 孕酮和丙酸睾酮参照农业部 1031 号公告^[6]检测。苯甲酸雌二醇检测参考 GB/T 22967—2008 方法^[7]稍作修改。

2 结果与分析

2.1 丙酸睾酮的残留

从图 1 可以看出,5 头试验牛丙酸睾酮的降解规律基本一致,于注射药物后 2~3 d 在体内残留达到高峰,然后逐渐降解,基本在第 9 天完全降解。但是每头牛在不同日期残留量差异较大,可能与个体差异有关。对照组丙酸睾酮含量基本在 1 ng/g 以下。

2.2 孕酮的残留

与丙酸睾酮比较,孕酮降解较快(图 2),基本于第 5 天完全降解,但 E 牛在第 5 天的降解呈非规律性。对照组孕酮含量基本为 0 ng/g。

2.3 苯甲酸雌二醇的残留

从图 3 可以看出,试验组牛苯甲酸雌二醇的降解规律基本一致,于药物注射后 2~3 d 在体内残留达到高峰,然后逐渐降低,基本在第 14 天降解完全。对照组苯甲酸雌二醇含量基本在 0 ng/mL。

从以上 3 种激素的体内降解规律来看,在处理 14 d 内完全降解,三合激素的安全间隔期为 14 d,与黄冻的研究结果^[8]一致。

2.4 激素风险因子监测结果

利用以上检测方法对新疆天山北坡 6 个规模化牛场的生鲜奶进行监测,每个牛场抽取样品 5 份。从图 4 可以看出,丙酸睾酮、苯甲酸雌二醇残留量较低(<1 ng/g),而孕酮激素残留量较高,可能与怀孕牛本身产生的孕酮有关。

收稿日期:2015-04-22

基金项目:国家科技支撑计划(编号:2012BAD43B03)。

作者简介:卢春霞(1978—),女,河南虞城人,博士,副研究员,主要从事食品质量安全研究。E-mail:shzlcx2002@163.com。

通信作者:罗小玲,研究员,主要从事食品质量安全研究。Tel:(0993)6683009;E-mail:LXL62 622@126.com。

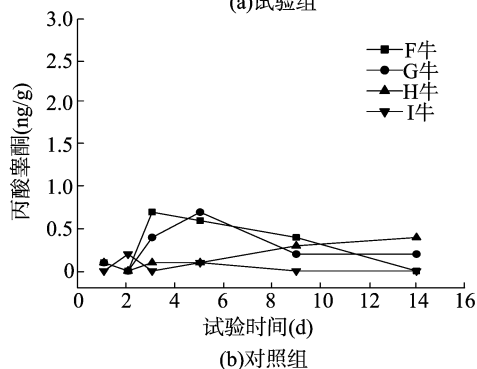
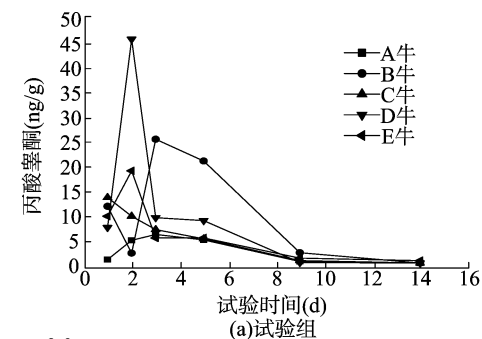


图1 丙酸睾酮在乳中降解规律

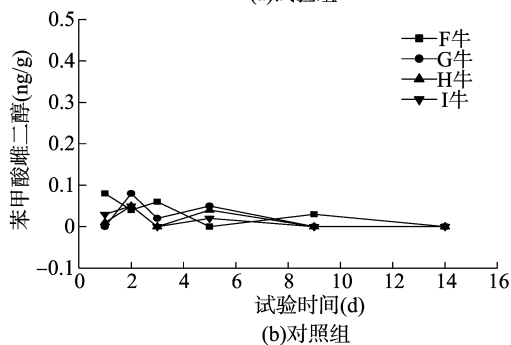
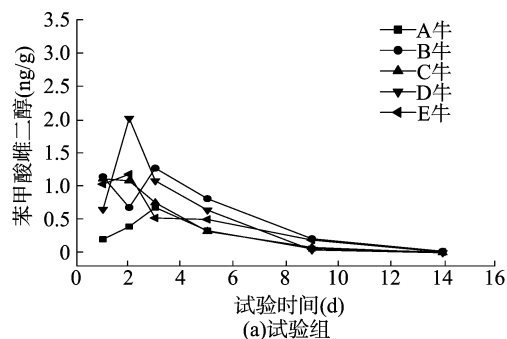


图3 苯甲酸雌二醇在乳中代谢降解规律

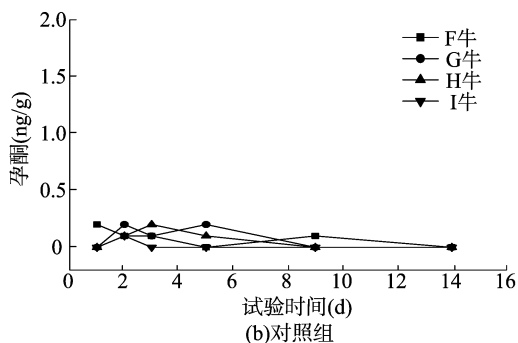
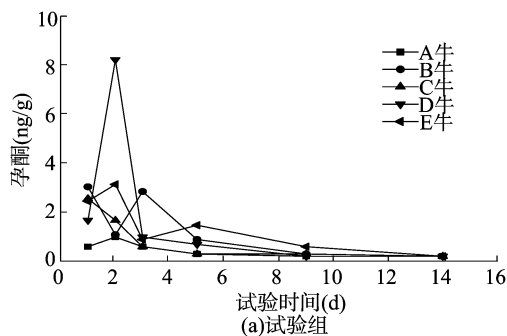


图2 孕酮在乳中代谢降解规律

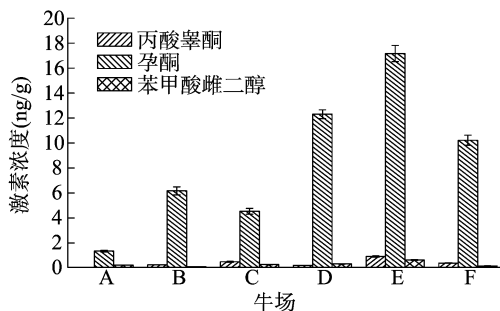


图4 生鲜乳中 3 种激素监测结果

参考文献:

- [1] 李佳荣, 黄汉标, 赵国山. 利用激素提高隐性发情奶牛受孕率试验研究[J]. 现代农业科技, 2012, 17(14): 250-251.
- [2] 张安哲, 许瑞忠. HCG 配合三合激素治疗奶牛卵巢静止效果好[J]. 中国奶牛, 2006(7): 58-59.
- [3] Hügel S, Horn M, Remkes H, et al. Preservation of cardiac function and energy reserve by the angiotensin-converting enzyme inhibitor quinapril during postmyocardial infarction remodeling in the rat[J]. Journal of Cardiovascular Magnetic Resonance, 2001, 3: 215-225.
- [4] 杨杏芬. 环境雌激素污染与毒效应研究的现状与展望[J]. 广东卫生防疫, 2001, 27(1): 20-24.
- [5] 中华人民共和国农业部第 235 号公告: 动物性食品中兽药最高残留限量[Z]. 北京: 中华人民共和国农业部, 2002.
- [6] 中华人民共和国农业部第 1031 号公告[Z]. 北京: 中华人民共和国农业部, 2008.
- [7] GB/T 22967—2008 牛奶和奶粉中 β -雌二醇残留量的测定 气相色谱-负化学电离质谱法[S].
- [8] 黄冻. 苯甲酸雌二醇注射液稳定性试验及其在奶牛体内药动学和牛奶中残留试验[D]. 杨凌: 西北农林科技大学, 2009.

3 结论

采用液相色谱-串联质谱法和气相色谱-质谱法研究了三合激素在奶牛乳中的降解规律。结果表明, 奶牛注射三合激素后, 乳中 3 种激素在 14 d 内均可降解完全, 确定丙酸睾酮、孕酮、苯甲酸雌二醇的安全间隔期为 14 d。同时对 6 个规模化牧场生鲜乳进行监测, 结果表明, 生鲜乳中孕酮激素含量较高, 丙酸睾酮、苯甲酸雌二醇均无残留。