

中华人民共和国国家标准

农业部 1077 号公告 — 4 — 2008

水产品中喹烯酮残留量的测定 高效液相色谱法

Determination of quinocetone residue in fishery products
by high performance liquid chromatography method

2008-08-11 发布

2008-08-11 实施

中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国农业部渔业局提出。

本标准由全国水产标准化技术委员会水产品加工分技术委员会归口。

本标准起草单位：农业部水产种质监督检验测试中心（广州）、中国水产科学研究院珠江水产研究所。

本标准主要起草人：郑光明、吴仕辉、戴晓欣、朱新平、史燕、陈昆慈、潘德博、谢文平。

水产品中喹烯酮残留量的测定

高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了水产品中喹烯酮残留量测定的高效液相色谱法。

本标准适用于水产品中喹烯酮残留量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

SC/T 3016 水产品抽样方法

3 原理

以乙酸乙酯提取样品中残留的喹烯酮,旋转蒸发浓缩,流动相溶解,正己烷脱脂,用液相色谱仪—紫外检测法检测,外标法定量。

4 试剂

本标准所用试剂除标明外,其他均为分析纯或更高纯度。

4.1 水:符合 GB/T 6682 中一级纯水的要求。

4.2 乙酸乙酯。

4.3 正己烷。

4.4 乙腈:色谱纯。

4.5 喹烯酮标准品:纯度 $\geq 99.0\%$ 。

4.6 喹烯酮标准储备液:准确称取标准品 10 mg,加少量乙腈溶解,用乙腈定容至 100 mL 棕色容量瓶中,保存于 $2^{\circ}\text{C}\sim 8^{\circ}\text{C}$ 冰箱中(保存期不超过 1 个月)。该喹烯酮标准储备溶液浓度为 $100\ \mu\text{g/mL}$ 。

4.7 喹烯酮系列标准工作液:用乙腈将标准储备液稀释至 $10\ \mu\text{g/mL}$ 作为标准中间液,准确量取喹烯酮标准中间液,用流动相稀释成 $0.02\ \mu\text{g/mL}$, $0.05\ \mu\text{g/mL}$, $0.1\ \mu\text{g/mL}$, $0.2\ \mu\text{g/mL}$, $0.5\ \mu\text{g/mL}$, $1.0\ \mu\text{g/mL}$ 系列标准工作液,现配现用。

5 仪器和设备

5.1 液相色谱仪,具紫外检测器。

5.2 高速匀浆机。

5.3 旋转蒸发器。

5.4 分析天平,感量 $0.0001\ \text{g}$ 。

5.5 天平,感量 $0.01\ \text{g}$ 。

5.6 离心机: $5000\ \text{r/min}$ 。

5.7 离心机:14 000 r/min。

5.8 旋涡混合器。

5.9 具塞离心管:50 mL。

5.10 离心管:2.5 mL。

5.11 鸡心瓶:100 mL。

6 试样制备

6.1 样品预处理

水产品取可食肌肉部分,样品切成小块后混匀,均质成肉糜,置于 0℃~4℃ 冰箱中备用,若不能及时检测时,放置-18℃ 冰箱中贮存备用。

6.2 提取

准确称取试样(5±0.02)g 肉糜样品于 50 mL 具塞玻璃离心管中,加入 8 mL 水,匀浆 30 s,加入乙酸乙酯 15 mL,旋涡混合 3 min,4 500 r/min 离心 5 min,取上清液于 100 mL 鸡心瓶中。

另取一 50 mL 离心管加入 15 mL 乙酸乙酯,清洗匀浆机刀头,清洗液移入前一离心管中,用玻璃棒捣散离心管中的沉淀,旋涡混合 3 min,4 500 r/min 离心 5 min,上清液并入 100 mL 鸡心瓶中。在 50 mL 离心管中继续加入 15 mL 乙酸乙酯,重复上述操作一次。合并三次提取液备用。

6.3 净化

备用液于 40℃ 水浴旋转蒸发至干,加 1.0 mL 流动相溶解,再加入 1 mL 正己烷,旋涡混合 1 min,转入 2.5 mL 离心管中,10 000 r/min 离心 5 min,弃去正己烷层,上清液经 0.45 μm 有机微孔滤膜过滤后供液相色谱分析。

6.4 色谱条件

6.4.1 色谱柱:苯基柱,250 mm×4.6 mm,5 μm,或性能相当者。

6.4.2 流动相:乙腈+水=50+50(V+V)。

6.4.3 流速:1.0 mL/min。

6.4.4 柱温:30℃。

6.4.5 检测器波长:312 nm。

6.4.6 进样量:20 μL。

6.5 样品测定

将 20 μL 喹烯酮系列标准工作液及样品液分别注入液相色谱仪中,按上述色谱条件进行色谱分析,记录峰面积,响应值均应在仪器检测的线性范围之内。根据标准样品的保留时间定性,外标法定量。喹烯酮液相色谱图见附录 A。

6.6 空白对照试验

除不加试样外,均按上述测定步骤进行。

7 计算

根据标准工作液峰面积和浓度做工作曲线,根据样品提取液的峰面积,从工作曲线计算样品提取液中喹烯酮的残留量,按式(1)计算样品中喹烯酮残留量。计算结果需扣除空白值。

$$X = \frac{C \times V}{m} \times 1\,000 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X——试样中的喹烯酮的残留量,单位为微克每千克(μg/kg);

C ——样品提取液中喹烯酮的残留量,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V ——最终定容体积,单位为毫升(mL);

m ——样品质量,单位为克(g)。

结果保留三位有效数字。

8 方法灵敏度、准确度、精密度

8.1 灵敏度

本方法检出限为 $20\ \mu\text{g}/\text{kg}$,定量限为 $50\ \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

8.2 准确度

标准添加浓度为 $50\ \mu\text{g}/\text{kg}\sim 200\ \mu\text{g}/\text{kg}$ 时,喹烯酮回收率在 $70\%\sim 120\%$ 之间。

8.3 精密度

本方法批内相对标准偏差 $\leq 10\%$,批间相对标准偏差 $\leq 15\%$ 。

附 录 A
(资料性附录)
液相色谱图

A. 1 喹烯酮标准溶液液相色谱图

0.25 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 喹烯酮标准溶液液相色谱图见图 A. 1。

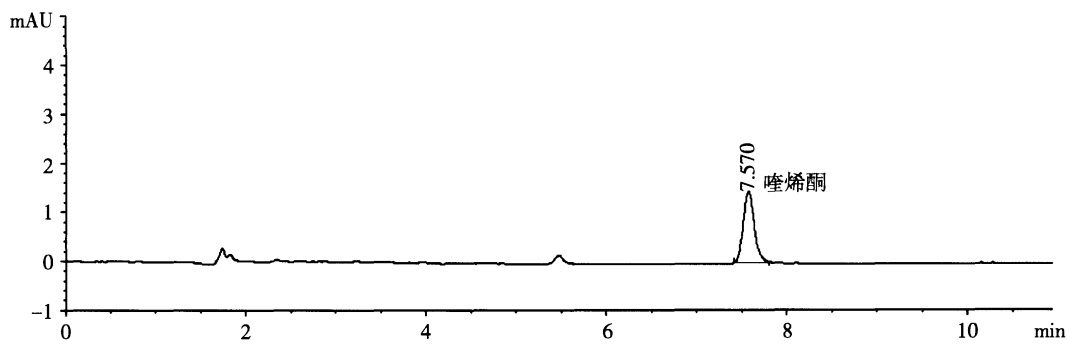


图 A. 1 0.25 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 喹烯酮标准溶液液相色谱图

A. 2 空白样品液相色谱图

空白样品液相色谱图见图 A. 2。

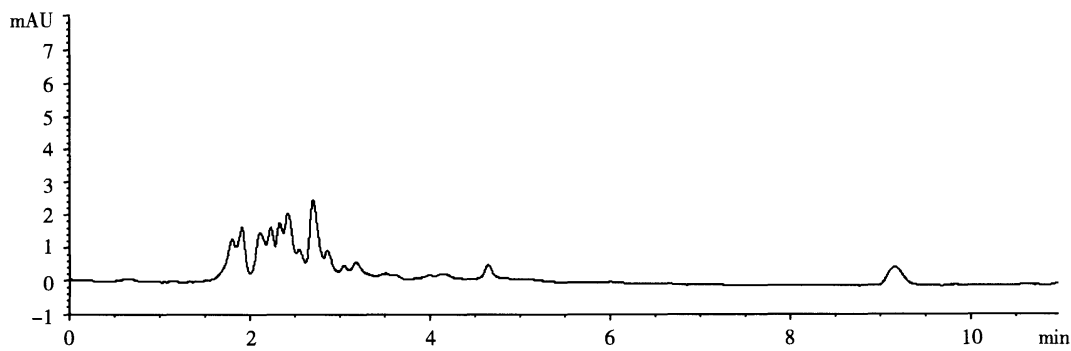


图 A. 2 空白样品液相色谱图

A.3 添加喹烯酮的加标液相色谱图

添加 50 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 喹烯酮的加标液相色谱图见 A.3。

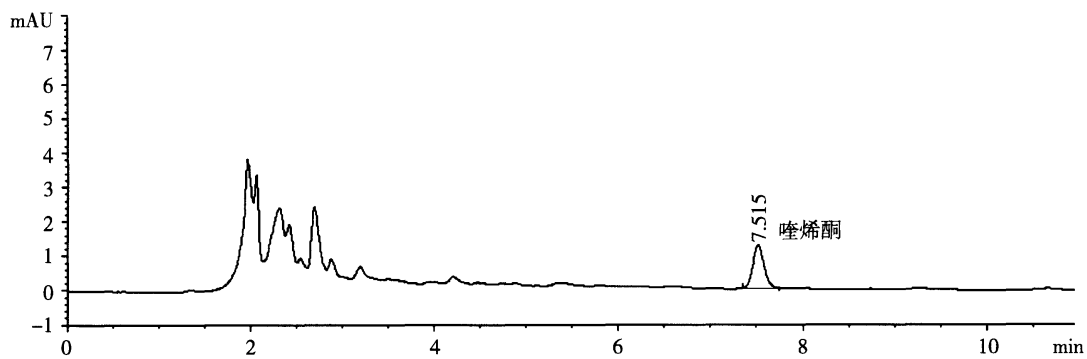


图 A.3 添加 50 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 喹烯酮的加标液相色谱图

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
水产品中喹烯酮残留量的测定
高效液相色谱法

农业部 1077 号公告—4—2008

* * *

中 国 农 业 出 版 社 出 版
(北京市朝阳区麦子店街 18 号楼)
(邮政编码: 100125 网址: www.ccap.com.cn)

北京昌平环球印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经销

* * *

开本 880mm×1230mm 1/16 印张 0.75 字数 7 千字

2008 年 8 月第 1 版 2008 年 8 月北京第 1 次印刷

书号: 16109·1799

定价: 18.00 元



农业部1077号公告—4—2008

版权专有 侵权必究
举报电话: (010) 65005894