

水产品中硝基呋喃类代谢物残留量的测定农业部 1077 号公告-2-2008

1、适用范围

本标准规定了水产品中呋喃妥因代谢物 1-氨基-2 内酰脲(AHD)、呋喃唑酮代谢物 3-氨基-2-唑烷基酮(AOZ)和呋喃西林代谢氨基脲 (SEM) 残留量的高效液相色谱测定方法(样品为龙利鱼)。

参考标准：《农业部 1077 号公告-2-2008 水产品中硝基呋喃类代谢物残留量的测定》

2、溶液的配置

1. 乙腈溶液:30mL 乙腈与 70mL 水混合溶解。
2. 5%甲醇溶液： 5mL 甲醇与 95mL 水混合溶解。
3. 提取剂：三氯乙酸-甲醇溶液，称取 22.7g 三氯乙酸溶于 250mL 水中，加入 250mL 甲醇混合。
4. 衍生化试剂:吸取 100 μ L 邻氯苯甲醛，溶解于 5mL 冰乙酸和 20mL 甲醇混合液中。
5. 10mol/L 氢氧化钠：称取固体氢氧化钠 20g，加水溶解冷却后，定容到 50mL。
6. 1mol/L 氢氧化钠：称取固体氢氧化钠 2g，加水溶解冷却后，定容到 50mL。
7. 0.05%庚烷基磺酸钠溶液：称取 0.500g 庚烷基磺酸钠，加 1000mL 水溶解。
8. 标准储备液：准确称取 AHD、AOZ、SEM 各 5mg,分别用甲醇定容于 50mL 容量瓶中，配置成 100 μ g/mL 的标准储备液。
9. 标准工作液：将标准储备液分别用甲醇稀释得到 10 μ g/mL 的标准工作液。

3、提取步骤

称取试样 5.0g，置于 50mL 离心管中，加入 10mL 提取剂，40 $^{\circ}$ C 超声 30min,6000rpm 离心 10min, 吸取上清液于另一离心管中；重复上述步骤两次，第三次提取剂量为 5mL。合并三次提取液。

4、衍生化

于提取液中，加入 0.5mL 衍生化试剂混匀后，于 40 $^{\circ}$ C 超声 60min，取出冷却至室温。

声明:除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 TeL:400-810-6969

邮编：321000

E-maiL:Lingyuyu@weLchmat.com

5、萃取

将冷却后的上清液加入 10mL 水，再用 10 mol/L 氢氧化钠和 1mol/L 氢氧化钠调 pH 到 7.0 (±0.5) 加入 15mL 乙酸乙酯萃取，4000rpm，离心 5min 后取出乙酸乙酯层于鸡心瓶中，再加入 10mL 乙酸乙酯，重复上述步骤两次，合并乙酸乙酯层，于 35℃ 水浴旋转至近干，分两次加入 5mL 5% 甲醇溶液溶解残渣，待净化。

6、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom[®] C18-CN 混合柱 规格： 400mg/3mL；

活化： 5mL 甲醇， 5mL 水；

上样： 将待净化液以 1.0mL/min-2.0 mL/min 的流速通过小柱， 弃去；

淋洗： 5mL 水,压干， 弃去；

洗脱:3mL 甲醇， 压干， 40℃ 氮吹至干， 残留物用 2.0mL 30% 乙腈溶液和 4.0mL 异辛烷溶解， 振荡混匀， 6000rpm 离心 5min， 取下层乙腈水层过 0.22μm 有机微孔滤膜， 待测。

7、注意事项

加标水平： 在 5.0g 样中分别加入 40μL 10.0μg/mL 标准工作液， 加标水平 0.08mg/kg， 机读数为 0.2mg/L

8、色谱条件

色谱柱： 月旭 Ultimate[®] XB-CN, 4.6×250mm, 5μm

流动相： (乙腈+异丙醇+乙酸乙酯)+(冰醋酸+0.05%庚烷基磺酸钠溶液)=(5+10+5)+(0.1+80) =20:80

流速： 1.000mL/min

柱温： 30℃

进样量： 20μL

检测波长： 280nm

9、色谱图和加标回收率

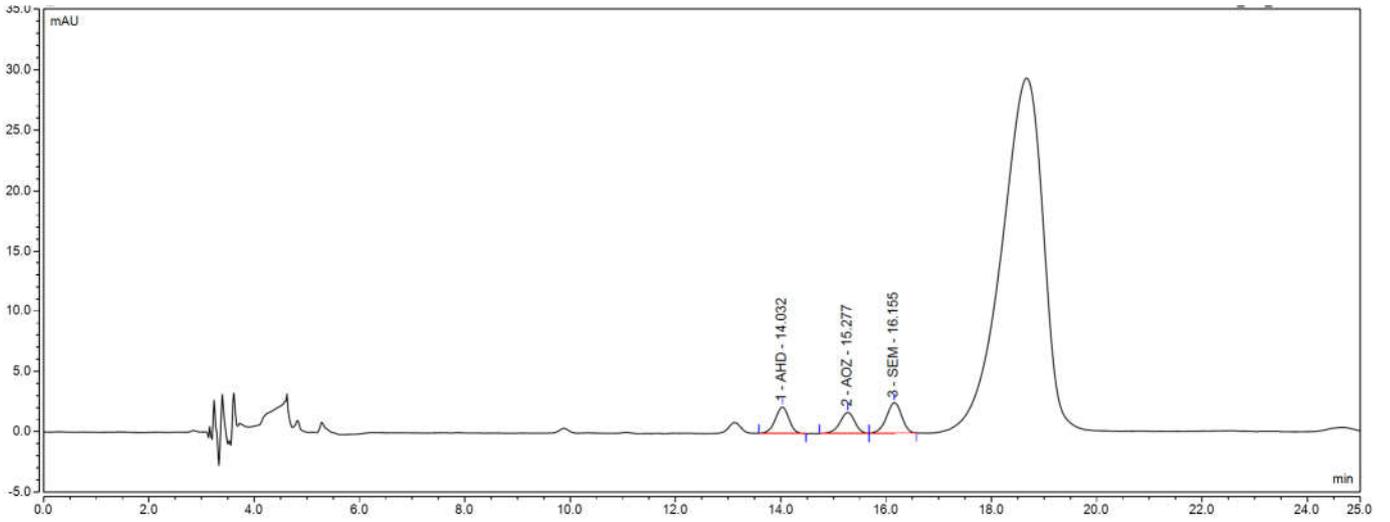


图 1.AHD、AOZ、SEM 0.2 μ g/mL 标准图谱

峰名称	保留时间	峰面积	峰高	相对峰面积	拖尾因子	分离度	塔板数
	min	mAU*min	mAU	%		EP	EP
AHD	13.967	0.6456	2.00	30.76	0.92	2.34	12020
AOZ	15.205	0.5935	1.67	28.28	0.89	1.70	12214
SEM	16.105	0.8594	2.35	40.95	0.93	n.a.	12708

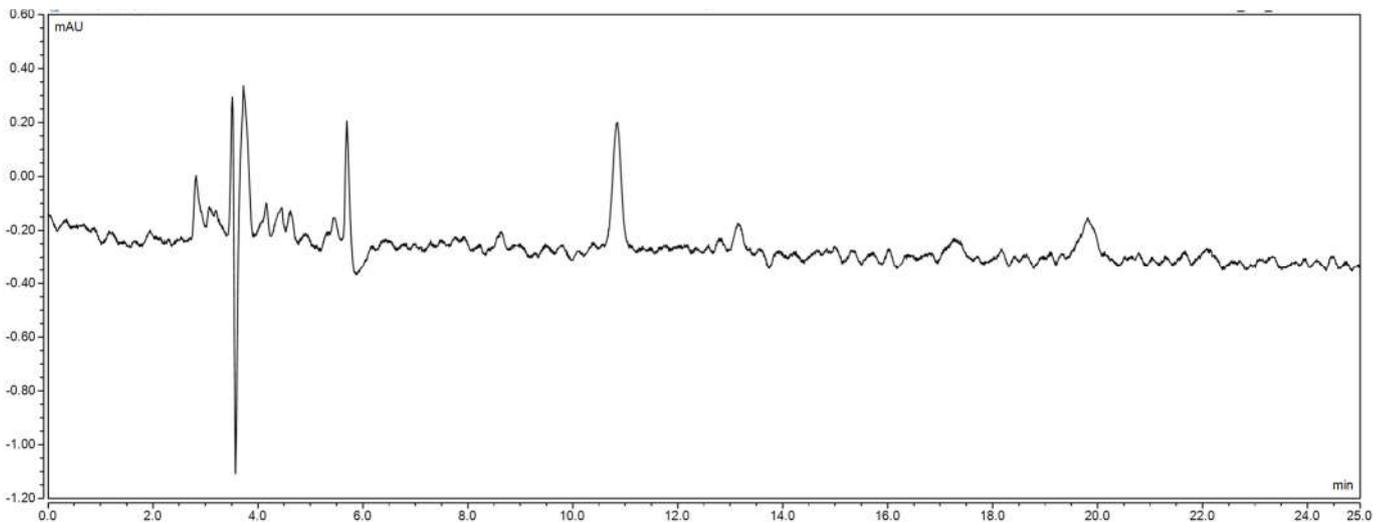


图 2. 龙利鱼空白样过柱图谱

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 TeL:400-810-6969

邮编:321000

E-mail:Lingyuyu@weLchmat.com

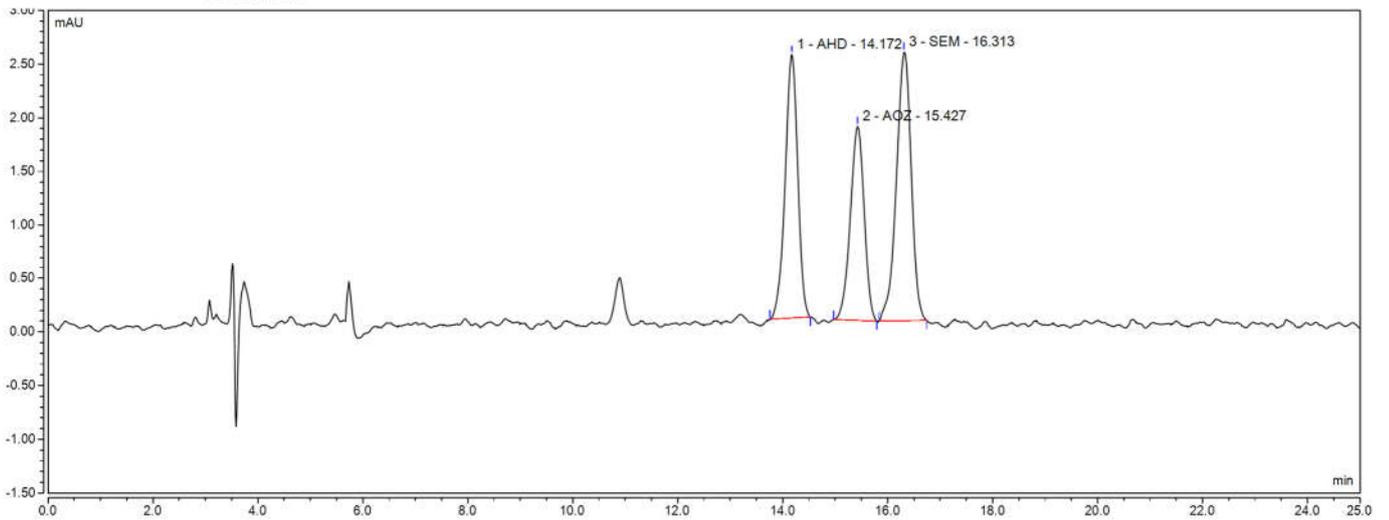


图 3.龙利鱼样加标 0.08mg/kg 图谱

表 1.加标回收率表

名称	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD %
AHD	0.08	90.03	3.23
AOZ	0.08	92.75	1.53
SEM	0.08	94.37	1.75

10、相关产品信息

货号	名称	规格
00555-11049	SPE 小柱	Welchrom® C18/CN,400mg/3ml,50pk
00837-05006	50mL 螺口尖底离心管	离心管 一次性离心管,平盖,锥形底,RCF12000xg,袋装,未灭菌,50mL,50/包
00837-05002	15mL 螺口尖底离心管	离心管 一次性离心管,平盖,锥形底,RCF12000xg,袋装,未灭菌,15mL,50/包
00824-31001	Welch 固相萃取装置	12 位方缸
00821-32291	盖子+垫片	预切口红色特氟龙/白色硅胶隔垫,9mm 蓝色短螺纹开口盖 中心孔 6mm 100pk
00821-40927	样品瓶	2mL 透明短螺纹广口样品瓶 带书写处 11.6*32mm 一级水解玻璃 100pk

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编:321000

E-mail:Lingyuyu@weLchmat.com

00205-31043	液相色谱柱	Ultimate®XB-CN,4.6×250mm,5μm
	呋喃妥因代谢物 1-氨基-2 内酰脲(AHD)	CAS: 2827-56-7, 100mg
	呋喃唑酮代谢物 3-氨基-2-唑烷基酮(AOZ)	CAS: 80-65-9, 100mg
	呋喃西林代谢氨基脲 (SEM)	CAS: 563-41-7, 100mg

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 TeL:400-810-6969

邮编:321000

E-maiL:Lingyuyu@weLchmat.com