



中华人民共和国国家标准

GB 29687—2013

GB 29687—2013

食品安全国家标准

水产品中阿苯达唑及其代谢物 多残留的测定 高效液相色谱法

中华人民共和国
国家标准
食品安全国家标准
水产品中阿苯达唑及其代谢物
多残留的测定 高效液相色谱法
GB 29687—2013

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 16 千字
2014年3月第一版 2014年3月第一次印刷

*

书号: 155066·1-48348 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB 29687—2013

2013-09-16 发布

2014-01-01 实施

中华人民共和国农业部 发布
中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会

食品安全国家标准
水产品中阿苯达唑及其代谢物
多残留的测定 高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了水产品中阿苯达唑及代谢物(2-氨基阿苯达唑砜、阿苯达唑亚砜、阿苯达唑砜)残留量检测的制样和高效液相色谱测定方法。

本标准适用于水产品中阿苯达唑及代谢物(2-氨基阿苯达唑砜、阿苯达唑亚砜、阿苯达唑砜)残留量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

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

试料中残留的阿苯达唑及代谢物,用乙酸乙酯提取,正己烷除脂,乙酸乙酯反萃取,高效液相色谱-荧光检测器测定,外标法定量。

4 试剂和材料

以下所用试剂,除特别注明外均为分析纯试剂,水为符合 GB/T 6682 规定的一级水。

- 4.1 盐酸 2-氨基阿苯达唑砜、阿苯达唑亚砜、阿苯达唑砜和阿苯达唑对照品:含量 $\geq 99\%$ 。
- 4.2 正己烷:色谱纯。
- 4.3 乙腈:色谱纯。
- 4.4 甲醇:色谱纯。
- 4.5 乙酸乙酯:色谱纯。
- 4.6 二氯甲烷:色谱纯。
- 4.7 磷酸。
- 4.8 十二水磷酸氢二钠。
- 4.9 庚烷磺酸钠:色谱纯。
- 4.10 乙酸铵。
- 4.11 20%甲醇溶液:取甲醇 80 mL,用水溶解并稀释至 100 mL。
- 4.12 0.05 mol/L 乙酸铵溶液:取乙酸铵 3.85 g,用水溶解并稀释至 1 000 mL。
- 4.13 0.04 mol/L 庚烷磺酸钠-磷酸溶液:取磷酸 2.7 mL,加水混匀,加庚烷磺酸钠 8.08 g,用水溶解并

稀释至 1 000 mL。

4.14 3%磷酸溶液:取磷酸 1.75 mL,用水溶解并稀释至 100 mL。

4.15 0.02 mol/L 磷酸氢二钠溶液:取磷酸氢二钠 0.716 g,用水溶解并稀释至 100 mL,用 3%磷酸溶液调节 pH 至 8.5,现配现用。

4.16 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 阿苯达唑、阿苯达唑亚砷、阿苯达唑砷和 2-氨基阿苯达唑砷标准贮备液:精密称取阿苯达唑、阿苯达唑砷和阿苯达唑亚砷各 10 mg 以及盐酸 2-氨基阿苯达唑砷 11.5 mg,分别于 100 mL 量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,配制成浓度为 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准贮备液。 $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以下避光保存,有效期 3 个月。

4.17 混合标准工作液:分别精密量取 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 2-氨基阿苯达唑砷、阿苯达唑亚砷、阿苯达唑砷和阿苯达唑标准储备液适量,于同一量瓶中,用 80%甲醇溶液溶解并稀释至刻度,配制成浓度分别为 2-氨基阿苯达唑砷 1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、阿苯达唑亚砷 2.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、阿苯达唑砷 0.2 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 以及阿苯达唑 5.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的混合标准工作液。 $2\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 8\text{ }^{\circ}\text{C}$ 避光保存,有效期 1 个月。

5 仪器与设备

5.1 高效液相色谱仪:配荧光检测器。

5.2 分析天平:感量 0.000 01 g。

5.3 天平:感量 0.01 g。

5.4 均质机。

5.5 离心机。

5.6 旋转蒸发器。

5.7 氮吹仪。

5.8 梨形瓶:100 mL。

5.9 滤膜:有机相,0.45 μm 。

6 试料的制备与保存

6.1 试料的制备

取适量新鲜或冷冻的鱼,去鳞、去皮,沿脊背取肌肉;虾,去头、去壳,取肌肉部分。绞碎,并使均质。

——取均质后的供试样品,作为供试试料。

——取均质后的空白样品,作为空白试料。

——取均质后的空白样品,添加适宜浓度的标准工作液,作为空白添加试料。

6.2 试料的保存

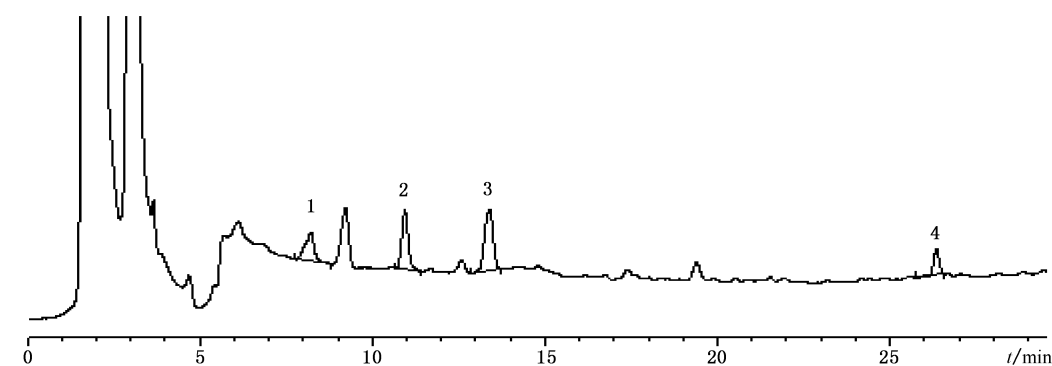
$-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以下保存。

7 测定步骤

7.1 虾、蟹类

7.1.1 提取

称取试料 $2\text{ g}\pm 0.02\text{ g}$,于 50 mL 离心管中,加乙酸乙酯 15 mL,均质 30 s,振荡 5 min,4 000 r/min 离心 10 min,取上清液于 100 mL 梨形瓶中,残渣备用。另取一 50 mL 离心管,加乙酸乙酯 15 mL,清洗



说明:

1——2-氨基阿苯达唑砷;

2——阿苯达唑亚砷;

3——阿苯达唑砷;

4——阿苯达唑。

图 A.3 鲫肌肉组织空白添加阿苯达唑及其代谢物试样色谱图

(阿苯达唑 62.5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、2-氨基阿苯达唑 12.5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、阿苯达唑亚砷 25 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、阿苯达唑砷 2.5 $\mu\text{g}/\text{kg}$)