

农业部文件

农牧发[2001]38号

关于发布动物源食品中兽药残留检测方法的通知

各省、自治区、直辖市畜牧（农牧、农业）厅（局、办）：

根据《中国动物及动物源食品中残留物质监控计划》（农牧发[1999]8号）的规定，经审核，现发布10种动物源食品中兽药残留检测方法，请各地遵照执行。原我部《关于发布兽药及其它化学物质在动物可食性组织中残留检测方法的通知》（农牧发[1998]17号）中刊载的同一兽药残留检测方法同时废止。

附件：动物源食品中兽药残留检测方法

二〇〇一年十一月一日

动物源食品中呋喃酮残留检测方法 高效液相色谱法

[文献标识码] E [文章编号] 1002-1280(2002)02-0013-02 [中图分类号] S859.34

农业部于2001年11月1日发布农牧发[2001]38号文,发布10种动物源食品中兽药残留检测方法。方法之一:动物源食品中呋喃唑酮残留检测方法 高效液相色谱法,全文如下:

动物源食品中呋喃唑酮残留检测方法 高效液相色谱法

1 范 围

本标准规定了动物源食品中呋喃唑酮残留量的检测的制样和高效液相色谱测定方法。

本标准适用于鸡的肌肉、肝脏、肾脏组织和鱼肉中呋喃唑酮残留量检测。

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 1.1-2000 标准化工作导则第1部分:标准的结构和编写规则(ISO/IEC Directives, Part 3, 1997, Rules for the structure and drafting of International Standards, NEQ)

GB/T 6682-1992 分析实验室用水规格和试验方法

NY/T 2001 动物源食品中兽药残留检测方法标准编制规则

3 制 样

3.1 样品的制备 取适量新鲜或冷冻空白或供试组织,绞碎并使均匀。

3.2 样品的保存 -20℃冰箱中贮存备用。

4 测定方法

4.1 方法提要或原理 组织加 C_{18} 混匀后装柱,用

正己烷冲洗,真空抽干后,用乙酸乙酯洗脱,洗脱液减压浓缩至干后用流动相溶解,过氧化铝小柱后,用高效液相色谱测定。

4.2 试剂和材料 以下所用试剂,除特殊注明者外均为分析纯试剂;水为符合GB/T 6682规定的二级水。

4.2.1 呋喃唑酮对照品 含呋喃唑酮($C_8H_7N_3O_5$)不得少于99.0%。

4.2.2 乙腈 色谱纯

4.2.3 磷酸

4.2.4 正己烷

4.2.5 乙酸乙酯

4.2.6 甲醇

4.2.7 C_{18} 10 m~40 m,使用前分别用二倍体积的正己烷、乙酸乙酯和甲醇依次冲洗,并抽气至干,晾干后待用。

4.2.8 0.015 mol/L 磷酸溶液 取磷酸1 ml,用水稀释至1000 ml。

4.2.9 呋喃唑酮标准溶液 称取呋喃唑酮对照品约10 mg,105℃干燥4 h,精密称定,置50 ml棕色量瓶中,加乙腈溶解并稀释至刻度,摇匀,制成浓度为200 g/ml的贮备液,置4℃冰箱中保存。临用前,取此储备液,用流动相稀释成浓度为0.05 g/ml~2.00 g/ml的标准工作液。

4.3 仪器和设备

4.3.1 高效液相色谱仪(配紫外检测器)

4.3.2 分析天平

4.3.3 旋转蒸发器

4.3.4 旋涡混合器

4.3.5 真空泵

4.3.6 研钵

4.3.7 玻璃层析柱 300mm 15mm(i.d.), 下端配有 G4 砂芯滤板。

4.3.8 氧化铝小柱 (制备:取中性氧化铝(100~200目)0.1g,装入内径为4mm的下端配有砂芯滤板的柱内,用前用5ml乙酸乙酯预洗,晾干后使用。)

4.4 测定步骤

4.4.1 试料的制备 试料的制备包括:

取绞碎后的供试样品,作为供试试料。

取绞碎后的空白样品,作为空白试料。

取绞碎后的空白样品,添加适宜浓度的标准溶液,作为空白添加试料。

4.4.2 提取 称取(2~0.05)g试料,加 C_{18} 约3g(水多可适当多加),置玻璃研钵中,用研杵混匀,混匀时应保持轻微压力沿同一方向研磨,直至组织与 C_{18} 成一均匀物质。将其转入玻璃层析柱中,层析柱置于抽气瓶上,用20ml正己烷冲洗层析柱,洗液弃去,用真空泵抽气至干,再用30ml乙酸乙酯洗脱(用真空泵抽气,使其流速约为2ml/min),收集洗脱液置50ml鸡心瓶中,于60°C下旋转减压蒸发至近干。

4.4.3 净化 用流动相0.5ml~1.0ml涡流振荡溶解残渣,过氧化铝小柱,收集过柱液,用0.45μm微孔滤膜过滤,收集滤液作为试样溶液,供高效液相色谱仪测定。

4.4.4 测定

4.4.5 色谱条件与系统适用性试验 色谱柱: C_{18} 柱,300mm 3.9mm(i.d.),粒径5μm,或相当者。流动相:乙腈-0.015mol/L磷酸溶液(20+80,v/v);流速:1.0ml/min;检测波长:367nm;进样量20μl。理论板数按呋喃唑酮峰计算,应不低于1500。

4.4.6 测定法 取适量试样溶液和相应浓度的标准工作液,作单点或多点校准,以色谱峰面积积分值定量。标准工作液及试样溶液中呋喃唑酮的响应值均应在仪器检测的线性范围之内。在上述色谱条件下,呋喃唑酮的保留时间在4.5min附近。标准品液

相色谱图件附录A中图A.1。

4.4.7 空白试验 除不加试料外,采用完全相同的测定步骤进行平行操作。

4.4.8 结果计算和表述 按下式计算供试组织中呋喃唑酮的残留量:

$$X = \frac{A C_s}{A_s W} V$$

式中:

X 供试组织中呋喃唑酮的残留量(mg/kg);

A 供试试料试样溶液中呋喃唑酮的峰面积;

A_s 标准工作液中呋喃唑酮的峰面积;

C_s 标准工作液中呋喃唑酮的浓度(g/ml);

W 供试组织样品重量(g);

V 供试试料提取液浓缩近干后残余物溶解的总体积(ml)。

注:计算结果需扣除空白值。

5 检测方法灵敏度、准确度、精密度

5.1 灵敏度 本方法在鸡的肌肉组织中的检测限为10g/kg,在肝脏、肾脏组织中的检测限为50g/kg;在鱼肉组织中的检测限为25g/kg。

5.2 回收率 本方法在鸡的肌肉组织中回收率为80%~110%、肝脏组织中回收率为60%~130%、肾脏组织中回收率为50%~140%;在鱼肉组织中回收率为70%~120%。

5.3 精密度 本方法的批内变异系数CV 10%,批间变异系数CV 25%。

附录A(资料性附录) 高效液相色谱图

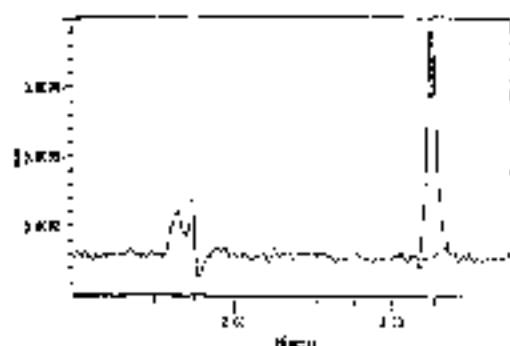


图 A.1 呋喃唑酮标准溶液色谱图