

中华人民共和国国家标准

农业部 1025 号公告 — 15 — 2008

鸡蛋中磺胺喹啉残留检测 高效液相色谱法

Determination of Sulfaquinolone residue in egg
by high performance liquid chromatography

2008-04-29 发布

2008-04-29 实施



中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准附录 A 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国农业部提出并归口。

本标准起草单位：山东省畜产品质量检测中心。

本标准主要起草人：高迎春、陈玲、冯修光、魏秀丽。

鸡蛋中磺胺喹噁啉残留检测 高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了鸡蛋中磺胺喹噁啉残留量检测的制样和高效液相色谱测定方法。
本标准适用于鸡蛋中磺胺喹噁啉残留量的检测。

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 分析实验室用水规则和试验方法

农业部农牧发[2003]1号 兽药残留试验技术规范(试行)

3 制样

3.1 样品的制备

取适量新鲜的空白或供试鸡蛋内容物，匀浆使均匀。

3.2 样品的保存

0℃~4℃贮存。

4 测定方法

4.1 方法提要或原理

试样中残留的磺胺喹噁啉经乙酸乙酯提取，过无水硫酸钠柱净化，流出液浓缩至干，残余物用0.015 mol/L 磷酸溶液-乙腈溶液(1+1)溶解，用高效液相色谱—紫外法测定，外标法定量。

4.2 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 规定的二级水。

4.2.1 磺胺喹噁啉对照品：含磺胺喹噁啉($C_7H_7C_{12}NO$)不得少于98.0%。

4.2.2 乙腈：色谱纯。

4.2.3 磷酸。

4.2.4 乙酸乙酯。

4.2.5 正己烷。

4.2.6 无水硫酸钠。

4.2.7 0.015 mol/L 磷酸溶液：量取磷酸1 mL，用水稀释至1 000 mL。

4.2.8 磺胺喹噁啉标准储备液：取磺胺喹噁啉对照品约25 mg，精密称定，置250 mL量瓶中，用乙腈溶解并稀释成浓度为100 g/mL的储备液。—20℃以下保存，有效期为3个月。

4.2.9 磺胺喹噁啉标准工作液：精密吸取磺胺喹噁啉标准储备液1.0 mL于10 mL量瓶中，用流动相

稀释成浓度为 10 g/mL 的标准工作液。

4.3 仪器与设备

- 4.3.1 高效液相色谱仪:(配紫外检测器)。
- 4.3.2 天平:感量 0.01 g。
- 4.3.3 分析天平:感量 0.000 01 g。
- 4.3.4 旋转蒸发器。
- 4.3.5 匀浆机(10 000 r/min)。
- 4.3.6 漩涡混合器。
- 4.3.7 离心机(5 000 r/min)。
- 4.3.8 玻璃层析柱:300 mm×10 mm,下装 G₁ 砂芯板。
- 4.3.9 微孔滤膜:孔径为 0.45 μm 有机系滤膜。
- 4.3.10 具塞离心管:2.5 mL、50 mL。

4.4 测定步骤

4.4.1 无水硫酸钠柱的制备

称取无水硫酸钠 5 g,置入玻璃层析柱中,用约 10 mL 乙酸乙酯淋洗后备用。

4.4.2 试料的制备

试料的制备包括:

- 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。

4.4.3 提取

称取试料(5±0.05) g 置 50 mL 离心管中,加入 20 mL 乙酸乙酯,振摇 5 min,4 000 r/min 离心 10 min,取上清液过无水硫酸钠柱,收集流出液于鸡心瓶中,残渣再加乙酸乙酯 20 mL,重复提取一遍,并用少量乙酸乙酯洗残渣,过无水硫酸钠柱,合并流出液于同一鸡心瓶中,于 45℃ 旋转蒸发至干。残余物用 0.015 mol/L 磷酸溶液-乙腈溶液(1+1)1.0 mL 溶解,加入 1 mL 水饱和正己烷,涡旋 30 s,将溶液转移至 2.5 mL 离心管中,5 000 r/min 离心 10 min,取下层清液,用 0.45 μm 微孔滤膜过滤,供高效液相色谱分析。

4.4.4 标准曲线的制备

精密吸取 2.0 mL、1.0 mL、0.5 mL、0.2 mL、0.1 mL、0.05 mL、0.025 mL 磺胺嘧啶标准工作液分别于 10 mL 量瓶中,用流动相稀释成 2 g/mL、1 g/mL、0.5 g/mL、0.2 g/mL、0.1 g/mL、0.05 g/mL、0.025 g/mL 的浓度,供高效液相色谱分析。

4.4.5 测定

4.4.5.1 色谱条件

色谱柱:C₁₈柱,150 mm×4.6 mm(i. d.),粒径 5 μm,或相当者;
流动相:0.015 mol/L 磷酸溶液+乙腈(70+30);
柱温:室温;
流速:1.0 mL/min;
检测波长:270 nm;
进样量:20 μL。

4.4.5.2 测定法

取适量试样溶液和相应的标准工作液,作单点或多点校正,以色谱峰面积积分值定量。标准工作液

及试样液中磺胺喹噁啉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,标准溶液和试样溶液的液相色谱图见附录 A 中图 A. 1、图 A. 2。

4.4.6 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。

4.5 结果计算和表述

按式(1)计算试料中磺胺喹噁啉的残留量($\mu\text{g}/\text{kg}$):

$$X = \frac{AC_s V}{A_s M} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X ——试样中磺胺喹噁啉的残留量,单位为微克每千克($\mu\text{g}/\text{kg}$);

A ——试样溶液中磺胺喹噁啉的峰面积;

A_s ——对照溶液中磺胺喹噁啉的峰面积;

C_s ——对照溶液中磺胺喹噁啉的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

M ——试样的质量,单位为克(g);

V ——溶解残余物的体积,单位为毫升(mL)。

注:计算结果需扣除空白值,测定结果用两次平行测定的算术平均值表示,保留至小数点后两位。

5 检测方法的灵敏度、准确度、精密度

5.1 灵敏度

本方法在鸡蛋中的检测限 $20 \mu\text{g}/\text{kg}$,定量限为 $50 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

5.2 准确度

本方法在 $50 \mu\text{g}/\text{kg} \sim 200 \mu\text{g}/\text{kg}$ 添加浓度的回收率为 $70\% \sim 110\%$ 。

5.3 精密度

本方法的批内相对标准偏差 $\leq 20\%$,批间相对标准偏差 $\leq 20\%$ 。

附 录 A
(资料性附录)
高效液相色谱图

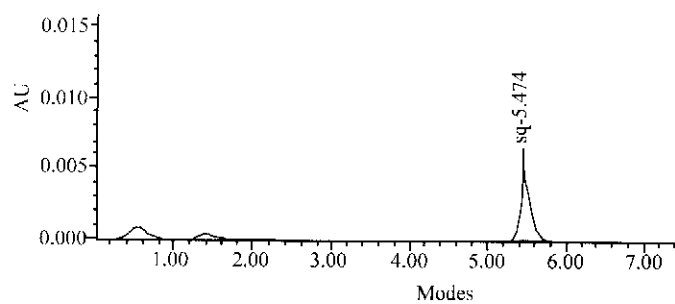


图 A. 1 0.5 g/mL 噻虫胺标准溶液色谱图

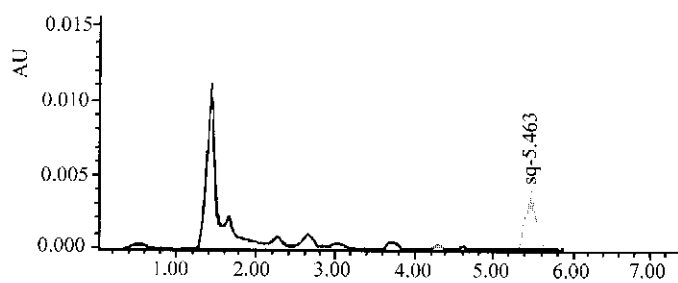


图 A. 2 鸡蛋中添加 100 g/kg 噻虫胺色谱图