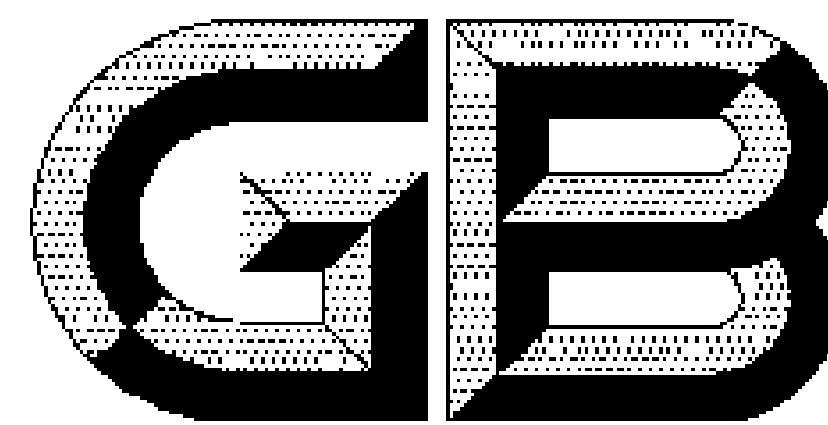




# 中华人民共和国国家标准

GB/T 20745—2006

## 畜禽肉中癸氧喹酯残留量的测定 液相色谱-荧光检测法

Method for the determination of decoquinate residues in livestock  
and poultry muscles—  
LC-fluorescence detection method

2006-12-31 发布

2007-03-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布  
中国国家标准化管理委员会

## 前 言

本标准的附录 A 和附录 B 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国秦皇岛出入境检验检疫局提出。

本标准由中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局归口。

本标准起草单位：中华人民共和国秦皇岛出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：庞国芳、李学民、张进杰、曹彦忠、刘晓茂、范春林、刘永明、赵为。

本标准系首次发布的国家标准。



# 畜禽肉中癸氧喹酯残留量的测定

## 液相色谱-荧光检测法

### 1 范围

本标准规定了牛、羊、猪和鸡肉中癸氧喹酯残留量的液相色谱测定方法。

本标准适用于牛、羊、猪和鸡肉中癸氧喹酯残留量的测定。

本标准癸氧喹酯的方法检出限为 0.2 mg/kg。

### 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 6379.1 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第1部分:总则与定义(GB/T 6379.1—2004,ISO 5725-1:1994,IDT)

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法(GB/T 6379.2—2004,ISO 5725-2:1994,IDT)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992,neq ISO 3696:1987)

### 3 原理

试样中癸氧喹酯残留,用甲醇+三氯甲烷溶液提取,提取液经过浓缩后,通过反相液相色谱柱分离,癸氧喹酯用配有荧光检测器的液相色谱仪测定,外标法定量。

### 4 试剂和材料

除另有说明外,所用试剂均为优级纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 甲醇:色谱纯。

4.2 乙腈:色谱纯。

4.3 三氯甲烷:色谱纯。

4.4 提取液:甲醇+三氯甲烷(4+1)。量取 80 mL 甲醇(4.1)与 20 mL 三氯甲烷(4.3)混合。

4.5 偏磷酸。

4.6 偏磷酸溶液:5%。称取 5.0 g 偏磷酸(4.5),用水溶解,定容至 100 mL。

4.7 硝酸钙 $[\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 。

4.8 硝酸钙溶液:0.20 mol/L。称取 10.0 g 硝酸钙(4.7),用水溶解,定容至 200 mL。

4.9 癸氧喹酯标准物质:纯度 $\geq 99\%$ 。

4.10 癸氧喹酯标准储备溶液:准确称取适量的癸氧喹酯标准物质(4.9),用提取液(4.4)制成浓度为 50  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的标准储备溶液。

4.11 0.2  $\mu\text{m}$  滤膜。

### 5 仪器

5.1 液相色谱仪:配有荧光检测器。

- 5.2 分析天平:感量 0.1 mg 和 0.01 g。
- 5.3 均质器。
- 5.4 离心机:带有 50 mL 离心管。
- 5.5 氮气浓缩仪。
- 5.6 微量注射器:100  $\mu$ L。
- 5.7 刻度样品管:10 mL,精度为 0.1 mL。

6 测定步骤

6.1 试样溶液和标准工作溶液的制备

称取 5 g(精确到 0.01 g)试样和四个空白样品,分别置于 50 mL 离心管中,加入 15 mL 提取液(4.4),均质 2 min,以 4 000 r/min 离心 5 min,把上层提取液移至另一个 50 mL 离心管中,再用 15 mL 提取液重复提取一次,合并两次提取液,加入 15 mL 偏磷酸溶液(4.6)和 4 mL 三氯甲烷(4.3),混匀,以 4 000 r/min 离心 5 min,弃掉上层水溶液。向四个空白样品提取液中分别加入癸氧喹酯标准储备溶液(4.10)20  $\mu$ L、50  $\mu$ L、100  $\mu$ L、200  $\mu$ L,把样品提取液移至刻度样品管(5.7)中,利用氮气浓缩仪,在 45℃ 水浴中浓缩至最小体积,用流动相定容 1 mL,涡旋溶解,然后,在 -20℃ 保持 10 min 凝固脂肪,以 4 000 r/min 离心 5 min,把上层样液通过 0.2  $\mu$ m 滤膜(4.11),同时得到浓度分别为 1.0  $\mu$ g/mL、2.5  $\mu$ g/mL、5.0  $\mu$ g/mL、10.0  $\mu$ g/mL 标准工作溶液,供液相色谱仪测定。

6.2 测定

6.2.1 液相色谱条件

- a) 色谱柱:Inertsil C<sub>8</sub> 5  $\mu$ m 150 mm×4.6 mm(内径)或相当者;
- b) 流动相:硝酸钙溶液(4.8)+乙腈(4.2)+甲醇(20+3+77);
- c) 柱温:50℃;
- d) 流速:1.0 mL/min;
- e) 检测波长:激发波长 326 nm,发射波长 384 nm;
- f) 进样量:50  $\mu$ L。

6.2.2 液相色谱测定

用癸氧喹酯标准工作溶液(6.1)分别进样,以标准工作溶液浓度为横坐标,以峰面积为纵坐标,绘制标准工作曲线。用标准工作曲线对样品进行定量,样品溶液中癸氧喹酯的响应值均应在仪器测定的线性范围内。在上述色谱条件下,癸氧喹酯的参考保留时间为 4.094 min。

癸氧喹酯标准物质的色谱图参见图 A.1。

本方法的添加回收率数据参见附录 B。

6.3 平行试验

按上述步骤,对同一试样进行平行试验测定。

6.4 空白试验

除不称取试样外,均按上述分析步骤进行。

7 结果计算

试样中癸氧喹酯残留量利用数据处理系统计算或按式(1)计算:

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

式中:

X——试样中被测组分残留量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c——从标准工作曲线得到的试样溶液中被测组分的浓度,单位为微克每毫升( $\mu$ g/mL);

$V$ ——试样溶液定容体积,单位为毫升(mL);

$m$ ——最终试样溶液所代表的试样质量,单位为克(g)。

## 8 精密度

本标准的精密度数据是按照 GB/T 6379.1 和 GB/T 6379.2 的规定确定的,其重复性和再现性的值以 95% 的可信度来计算。

### 8.1 重复性

在重复性试验条件下,试样中癸氧喹酯含量在 0.2 mg/kg~2.0 mg/kg 范围,获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过重复性限  $r$ ,本标准的重复性限按式(2)计算:

$$\lg r = 0.766 8 \lg m - 1.290 9 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$m$ ——两次测定值的平均值。

如果两次测定值的差值超过重复性限  $r$ ,则应舍弃试验结果并重新完成两次单个试验的测定。

### 8.2 再现性

在再现性试验条件下,试样中癸氧喹酯含量在 0.2 mg/kg~2.0 mg/kg 范围,获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过再现性限  $R$ ,本标准再现性限按式(3)计算:

$$R = 0.114 6m + 0.010 2 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$m$ ——两次测定值的平均值。

附录 A  
(资料性附录)  
癸氧喹酯标准物质液相色谱图

癸氧喹酯标准物质液相色谱图,见图 A.1。

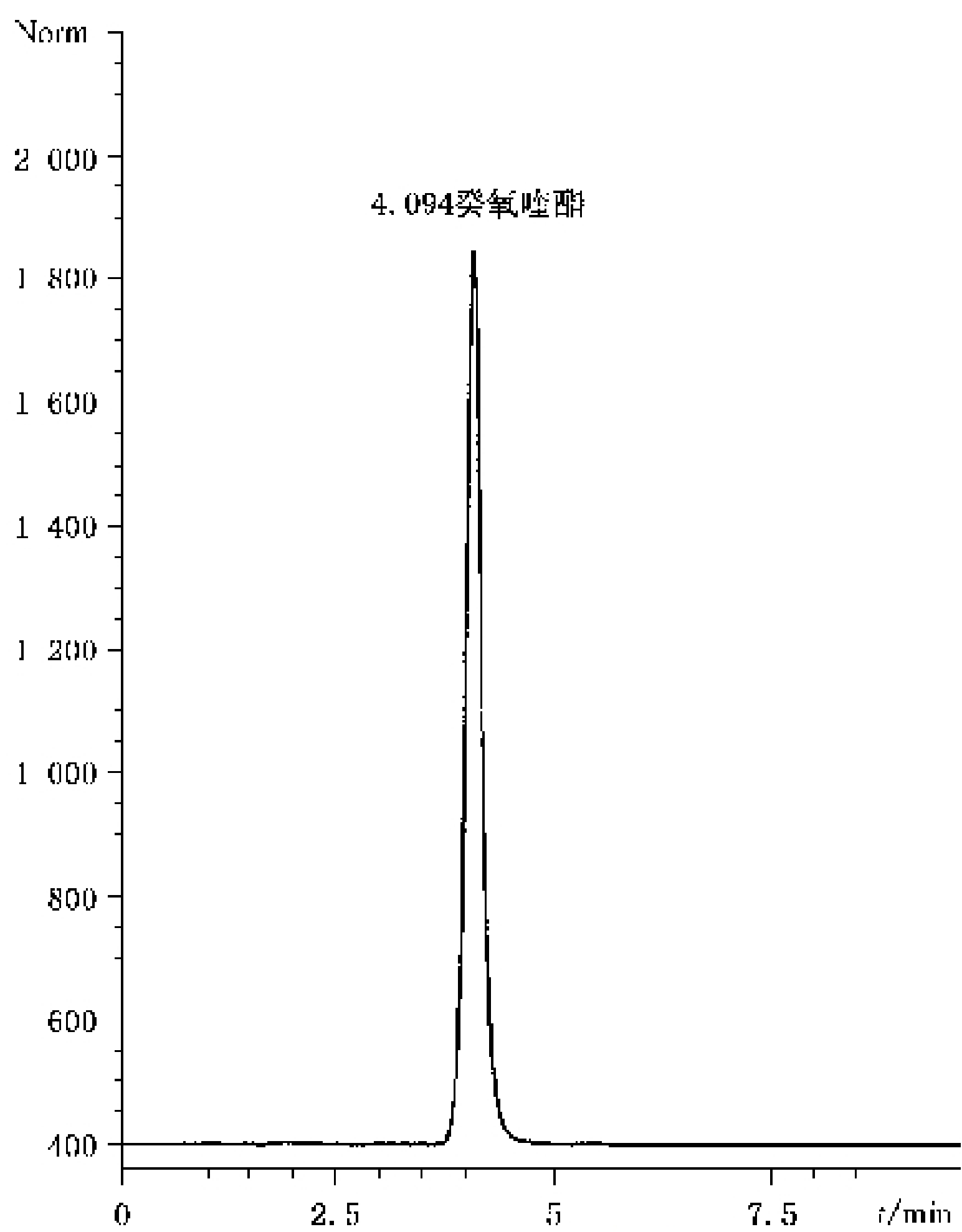


图 A.1 癸氧喹酯标准物质液相色谱图

附录 B  
(资料性附录)  
回收率

本标准中癸氧喹酯添加浓度及平均回收率的试验数据：  
在添加量为 0.2 mg/kg 时,平均回收率为 89.6%；  
在添加量为 0.5 mg/kg 时,平均回收率为 93.0%；  
在添加量为 1.0 mg/kg 时,平均回收率为 93.2%；  
在添加量为 2.0 mg/kg 时,平均回收率为 93.2%。

\_\_\_\_\_