

动物源性食品中甲氧苄啶残留量的测定 GB 29694-2013

1、适用范围

适用于动物源性食品中甲氧苄啶的测定（该实验选用基质为猪肉）

参考标准：《GB 29694-2013 食品安全国家标准 动物性食品中 13 种磺胺类药物多残留的测定高效液相色谱法》

2、溶液的配制

- 1) 甲氧苄啶标准储备液：取 1mg 甲氧苄啶标准品，用甲醇溶解并稀释至 10mL，浓度为 0.1mg/mL，作为甲氧苄啶的储备液。
- 2) 甲氧苄啶标准工作液：取 1mL 甲氧苄啶标准储备液用甲醇定容至 10mL，即 0.01mg/mL 甲氧苄啶标准工作液。
- 3) 0.1mol/L 盐酸溶液：0.182mL 盐酸用水溶解并稀释至 50mL。
- 4) 0.1%甲酸水：取 1mL 甲酸，用水溶解并稀释至 1000mL。
- 5) 0.1%甲酸乙腈溶液：取 0.1%甲酸 830mL，用乙腈溶解并稀释至 1000mL。
- 6) 洗脱液-5%氨水甲醇：5mL 氨水，用甲醇溶解并稀释至 100mL。
- 7) 50%乙腈甲醇：50mL 乙腈和 50mL 甲醇混匀。

3、提取步骤

猪肉（搅碎）

- 1) 2g（精确至 0.05g）样置于 50mL 离心管中，加入 10mL 乙酸乙酯，涡旋混匀 1min，超声 10min，

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

4000r 离心 5min，移取上清液，再次加入 15mL 乙酸乙酯，涡旋混匀 1min，超声 10min，4000r 离心 5min，移取上清液，再次加入 15mL 乙酸乙酯，涡旋混匀 1min，超声 10min，4000r 离心 5min，合并上清液至 50mL 旋转蒸发瓶中，加入 4mL 的 0.1mol/L 盐酸溶液，混匀，40° 旋蒸至 3mL。

2) 移取上清液至 15mL 离心管中，再用 1mL 0.1mol/L 盐酸溶液润洗旋转蒸发瓶，转入 15mL 离心管，再用 3mL 正己烷润洗旋转蒸发瓶后转入同一 15mL 离心管，振荡混匀，3000r 离心 5min，弃去上层正己烷，再用 3mL 正己烷润洗旋转蒸发瓶后转入同一 15mL 离心管，振荡混匀，3000r 离心 5min，弃去上层正己烷，水相待净化。

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom®P-SCX，规格：60mg/3mL

活化：2ml 甲醇，2mL 0.1mol/L 盐酸溶液，弃去

上样：待净化液全部上样，弃去

淋洗：1mL 0.1mol/L 盐酸溶液，2mL 50% 乙腈甲醇，弃去

洗脱：5mL 5% 氨水甲醇，压干收集。

复溶：40° 氮吹至近干，加 0.1% 甲酸乙腈溶液定容至 1mL，过 0.22μm 有机滤头，上机检测。

5、注意事项

加标水平：在 2g 样中精确加入 0.1mL 的 0.01mg/mL 磺胺类药物混合标准工作液，加标水平为 0.5mg/kg，机读数为 0.1mg/L。

6、色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate® XB-C18, 4.6×250mm, 5μm

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

流动相：A-甲醇，B-0.5%高氯酸溶液（等度 A:B=30:70）

流速：1.0mL/min

柱温：30℃

进样量：20μL

检测波长：230nm

7、色谱图或者加标回收率结果

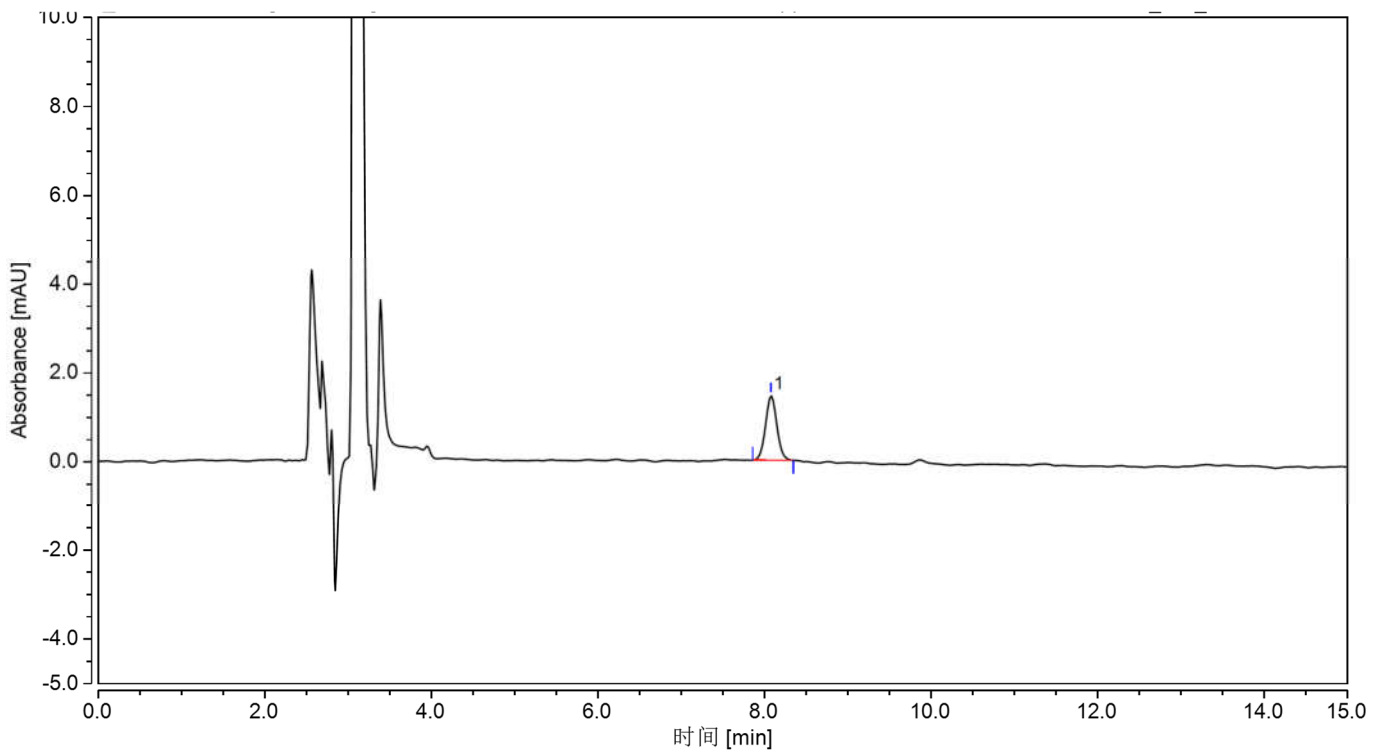


图 1、甲氧苄啶 0.1μg/mL 图谱

| 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) |
| 甲氧苄啶 | 8.080 | 0.229 | 1.450 | 100.00 | 1.08 | n.a. | 17191 |

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

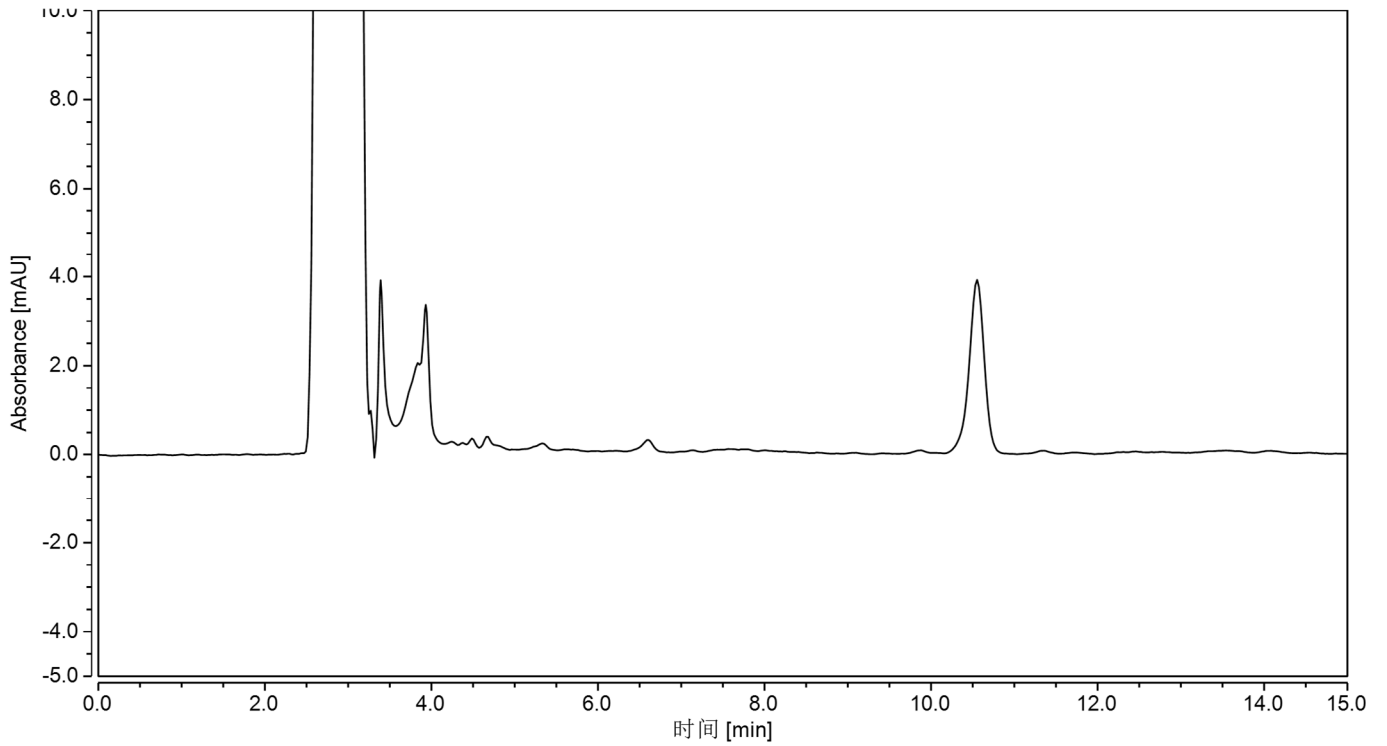


图 2、猪肉空白过柱图谱

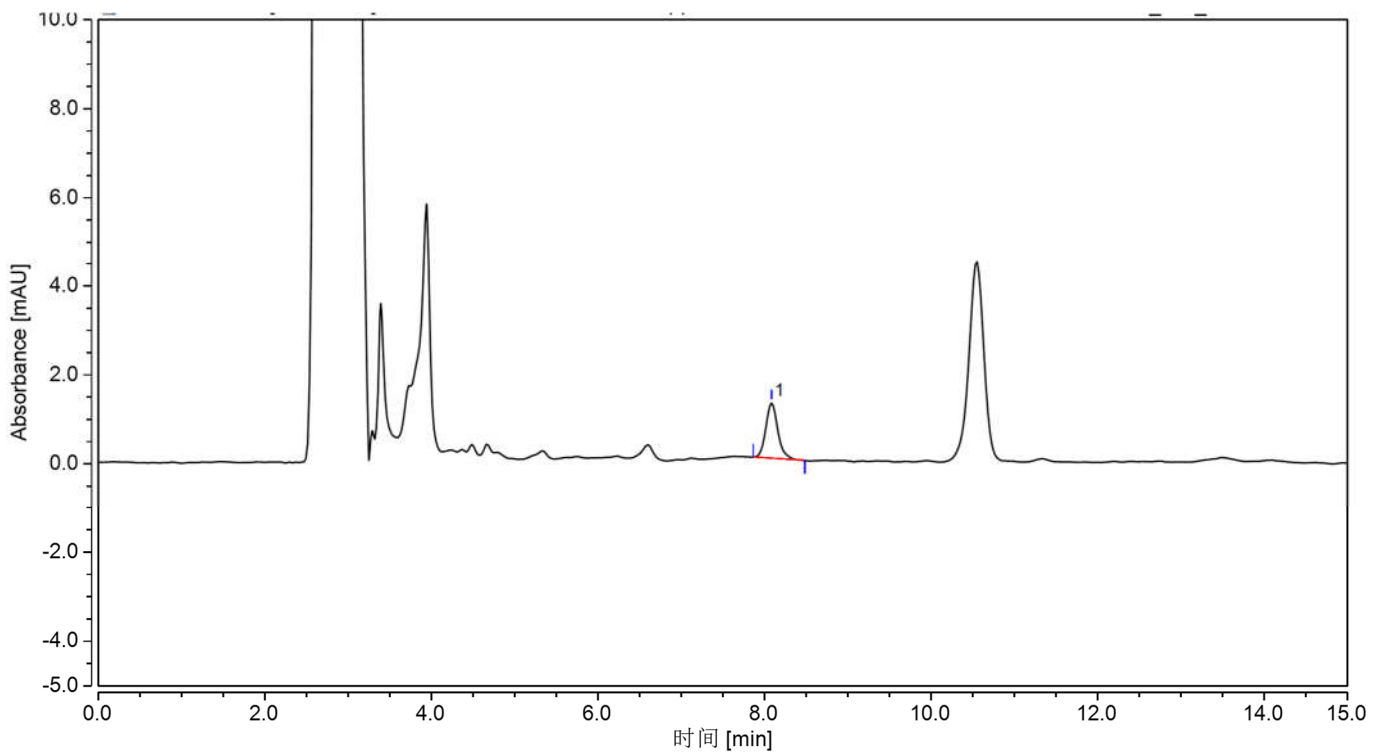


图 3、猪肉样加标 0.5mg/kg 图谱

表 1.加标回收率表

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

| 名称 | 加标水平 mg/kg | 平均回收率% | RSD% (n=2) |
|------|---------------|--------|---------------|
| 甲氧苄啶 | 0.5 | 89.50 | 1.66 |

8、相关产品信息

| 货号 | 名称 | 规格 |
|-------------|--------------|---|
| 00523-20016 | SPE 小柱 | Welchrom® P-SCX,60mg/3ml,50pk |
| 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 |
| 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 |
| 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 |
| 00201-31043 | 液相色谱柱 | Ultimate®XB-C18,4.6×250mm,5µm |
| 00802-02201 | 针头式过滤器 | 进口 NY,13mm*0.22µm,100pk |
| | 甲氧苄啶标准品 | CAS:738-70-5 |

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