

月旭科技食品中阿维菌素残留的测定

1. 适用范围

食品中水果及蔬菜中阿维菌素检测测定方法(本实验采用苹果,菠菜)
前处理方法参考《GB 29696-2013 牛奶中阿维菌素类药物多
残留的测定》

《GB 23200.19-2016 食品安全国家标准 水果和蔬菜中阿
维菌素残留量的测定 液相色谱法》

2. 溶液的配制

阿维菌素标准储备液:精密称取 0.010g (精确至 $\pm 0.0005g$)阿维菌
素标准品于 10mL 容量瓶中,用乙腈溶解并定容至刻度线配置成浓度
为 1000 $\mu g/mL$ 的标准储备液。

阿维菌素工作液:移取 0.5mL阿维菌素标准储备液于 50ml 容量瓶中,
用乙腈稀释成 10 $\mu g/mL$ 。

洗涤液:乙腈-水-三乙胺(30mL:70mL:20 μL)

3. 提取步骤

样品经组织捣碎机捣碎,称取样品 5g $\pm 0.05g$ 于 50mL 离心管中,加
入 8mL 乙腈,涡旋 1min,离心 10min (4000r/min),吸取上清液于
另一 50mL 离心管中;残渣中加入 8mL 乙腈,重复提取一次,合并两
次上清液,加水 20mL,三乙胺 50 μL ,混匀,待净化。

4.SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom® C18E 规格：500 mg/6mL。

活化：5mL 乙腈，5mL 洗涤液

上样：待净化液全部上样，自然流干，抽干 5min

淋洗：3mL 异辛烷，抽干 5min

洗脱：5mL 乙腈，收集于 15mL 试管中

氮吹至近干，用乙腈定容至 1mL,过 0.22 μ m 滤膜，上 HPLC 检测。

5.注意事项

- 1) 若上样时流速过慢，可适当加压，使其能滴落；
- 2) 氮吹时注意不能过快，近干即可
- 3) 流动相和样品提取溶剂选用乙腈，乙腈提取效果好且乙腈为流动相时目标物灵敏度高
- 4) 三乙胺对阿维菌素在小柱的保留及回收率影响较大

6. 色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate[®]XB-C18,4.6*150mm,5 μ m

流动相：水:乙腈（10:90）

柱温：40 $^{\circ}$ C

进样量：20 μ L

检测波长：245nm

流速：1.0mL/min

7. 色谱图或者加标回收率结果

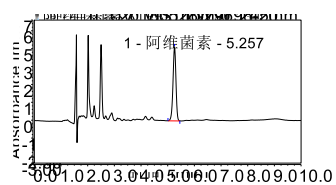


图 1.阿维菌素对照 0.1mg/L

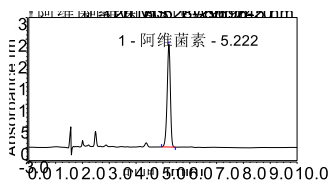


图 2.阿维菌素对照 5mg/L

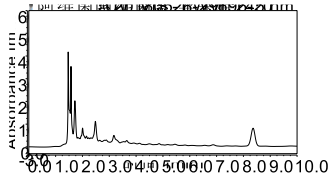


图 3. 苹果样品图谱

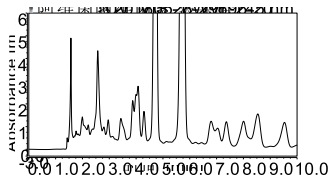


图 4. 菠菜样品图谱

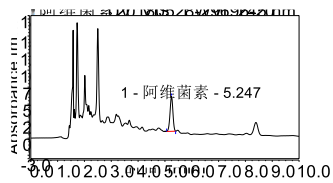


图 5. 苹果样加标 0.2mg/kg

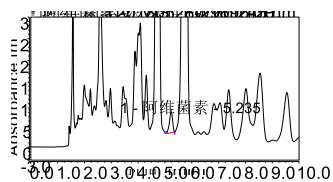


图 6. 菠菜样加标 0.2mg/kg

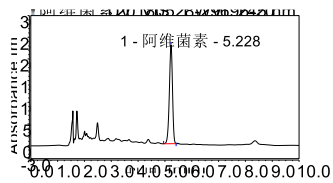


图 7.苹果样加标 1mg/kg

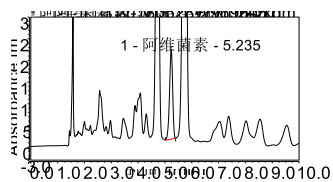


图 8.菠菜样加标 1mg/kg

表 1：加标回收率测定结果

样品	加标水平 mg/kg	回收率%	RSD % (n=3)	RT min
苹果	0.2	94	2.85	5.24
	1	95	2.09	
菠菜	0.2	95	4.71	
	1	85	3.05	

8. 相关产品信息

货号	名称	规格
00559-11006	Welchrom® C18E	500mg/6ml,30pk
00000-30016	50mL 尖底离心管	50ml 螺口尖底离心管，50 支/包
00824-31001	Welch 固相萃取装置	12 位方缸
00802-02201	针头式过滤器	NY 13mm*0.22μm 100pk
00824-11101	一次性注射器	200pk/盒 带针头 橡胶头 1ml
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
00201-31041	Ultimate® XB-C18	4.6×150mm,5 μm
00826-A001P100	阿维菌素标准品	CAS No.:71751-41-2, 100mg