

水产品中甲氧苄啶残留量的测定 GB 29702-2013

1、适用范围

适用于水产品中甲氧苄啶残留量的测定（该实验选用基质为龙利鱼）

参考标准：《GB 29702-2013 水产品中甲氧苄啶残留量的测定 高效液相色谱法》

2、溶液的配制

- 1) 甲氧苄啶标准贮备液：称取 1mg 标准品，用甲醇稀释至 10mL，浓度为 0.1mg/mL，作为甲氧苄啶的贮备液。
- 2) 甲氧苄啶标准工作液：准确移取甲氧苄啶标准贮备液 0.1mL，用甲醇稀释至 10mL，浓度为 1 μ g/mL,作为甲氧苄啶标准工作液。
- 3) 0.1mol/L 硫酸溶液：移取 0.5mL 硫酸用水稀释并定容至 100mL。
- 4) 流动相 B：0.5%高氯酸溶液：5mL 高氯酸用水定容至 1L。
- 5) 2mol/L 氢氧化钾：取氢氧化钾 11.2g，用水溶解并定容至 100mL。
- 6) 5%乙酸溶液：取 5mL 乙酸用水定容至 100mL。
- 7) 5%氨水甲醇溶液：取 5mL 氨水用甲醇稀释并定容至 100mL。
- 8) 30%甲醇水：30mL 甲醇用水定容至 100mL。

3、提取步骤

龙利鱼样（搅碎）

- 1) 称取样品 5g (± 0.01 g) 于 50mL 离心管中，加入 15mL 三氯甲烷、甲醇 14mL、0.1mol/L 硫酸

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

溶液 6mL，涡旋 2min，超声提取 10min，离心 3min（4000r/min），吸取上清液于 250mL 分液漏斗中；

- 2) 再次加入 15mL 三氯甲烷、甲醇 14mL、0.1mol/L 硫酸溶液 6mL，涡旋 2min，超声提取 10min，加入 10mL 水，振荡 1min，离心 3min（4000r/min），合并上清液于分液漏斗中；
- 3) 分液漏斗中加 2mol/L 氢氧化钾 2mL、二氯甲烷 25mL，振荡 2min，静置分层（若乳化，可将下层液移入离心管中离心），取下层液置于 100mL 旋转蒸发瓶中，再加 25mL 二氯甲烷，再次提取，合并下层液于旋转蒸发瓶中，于 40° 旋蒸至干，用 5%乙酸溶液 6mL 溶解残余物，待净化。

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom® P-SCX 规格： 60mg/3mL

活化： 6mL 甲醇、6mL 5%乙酸溶液，弃去；

上样：待净化液全部上样，控制流速，不宜过快，弃去；

淋洗：6mL 5%乙酸溶液、6mL 甲醇；

洗脱：20mL 5%氨水甲醇洗脱，收集于 50mL 旋转蒸发瓶中，抽干。

复溶：于 40° 旋蒸至近干，用 30%甲醇水复溶，过 0.22μm 有机滤头，供液相检测。

5、注意事项

- 1) 加标水平：5g 样中加入 0.1mL 1μg/mL 标准工作液，定容至 1mL，因此加标水平为 0.02mg/kg，最终机度数为 0.1mg/L。
- 2) 第二次加入二氯甲烷时，并不能分层，需加 10mL 水才可以分层。

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

6、色谱条件

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

流动相：A-甲醇，B-0.5%高氯酸溶液（A:B=30：70 等度）

流速：1.0mL/min

柱温：30°C

进样量：20μL

检测波长：230nm

7、色谱图或者加标回收率结果

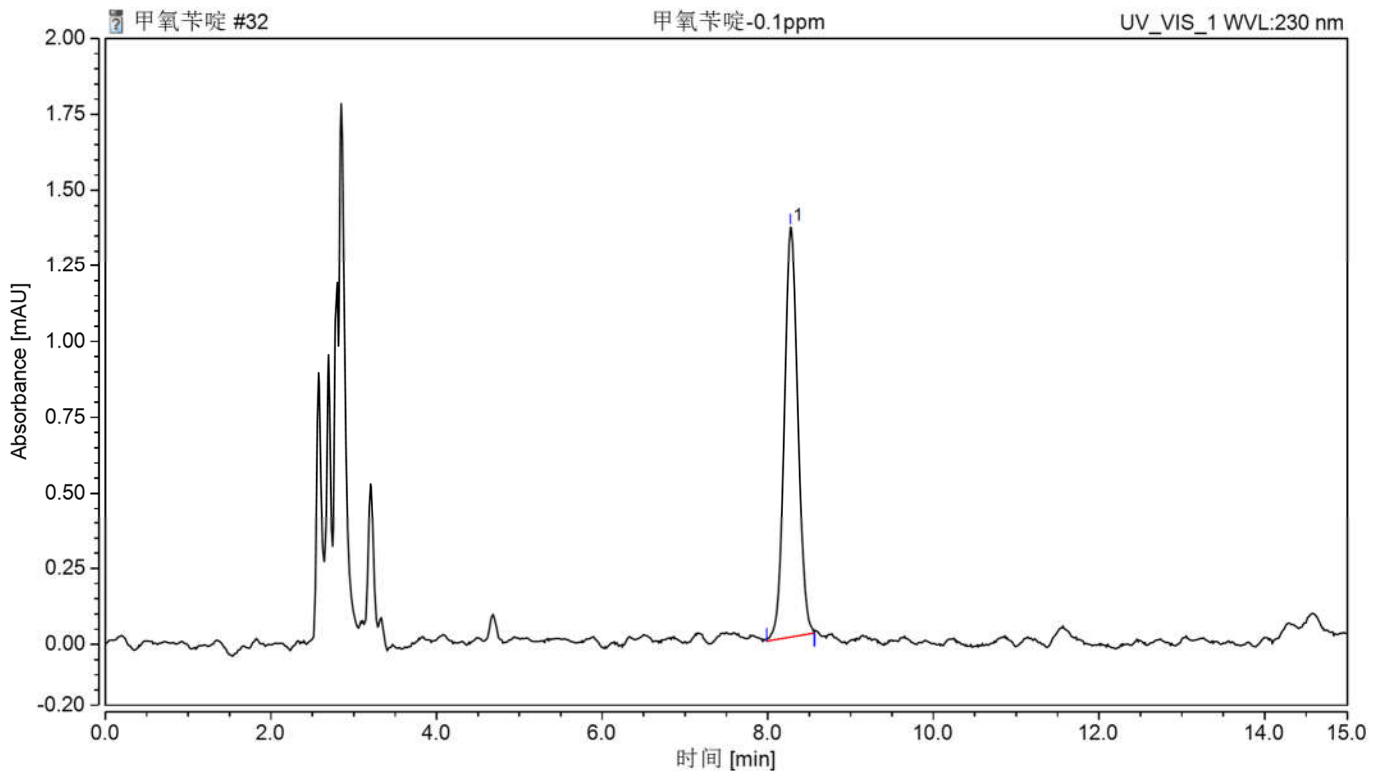


图 1.甲氧苄啶 0.1mg/L 图谱

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	8.275	0.257	1.355	100.00	1.18	1.18	1.18

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

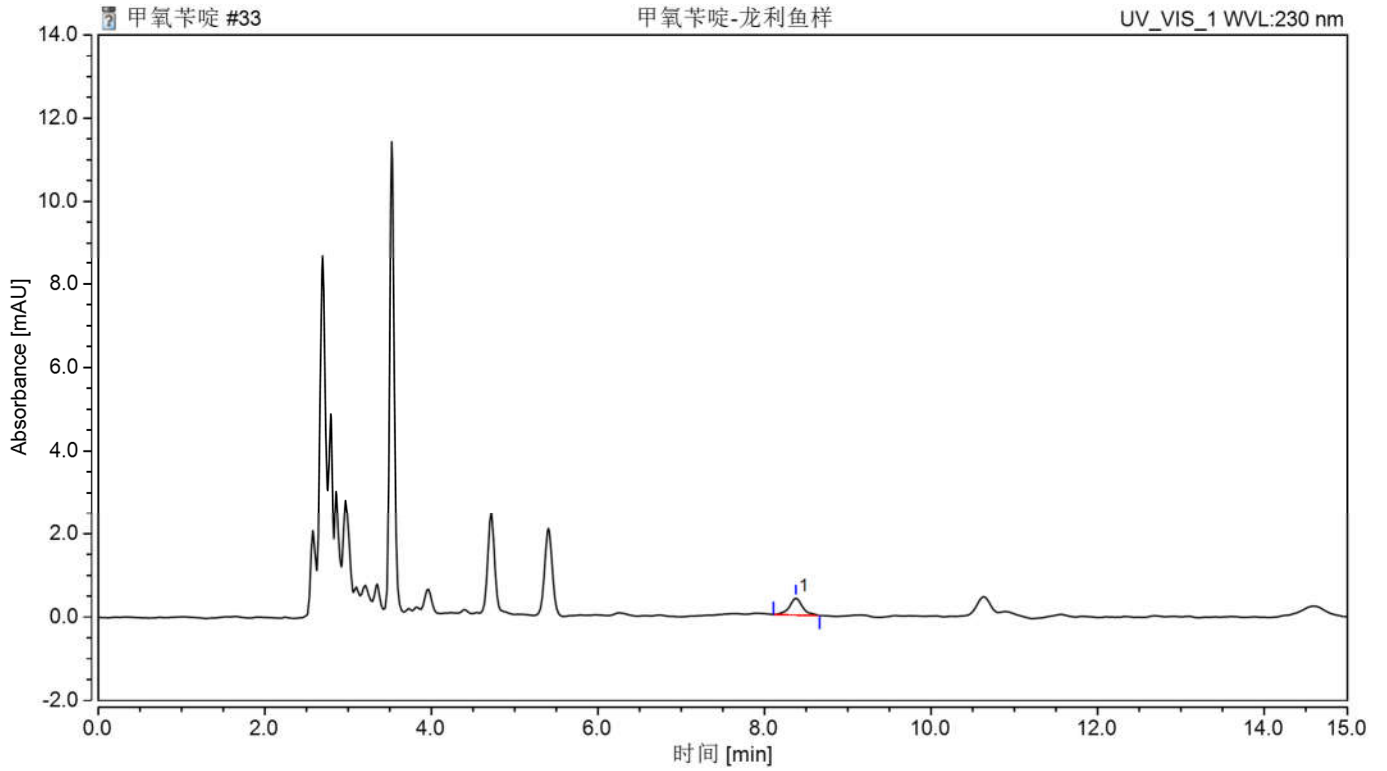


图 2.龙利鱼空白过柱图谱

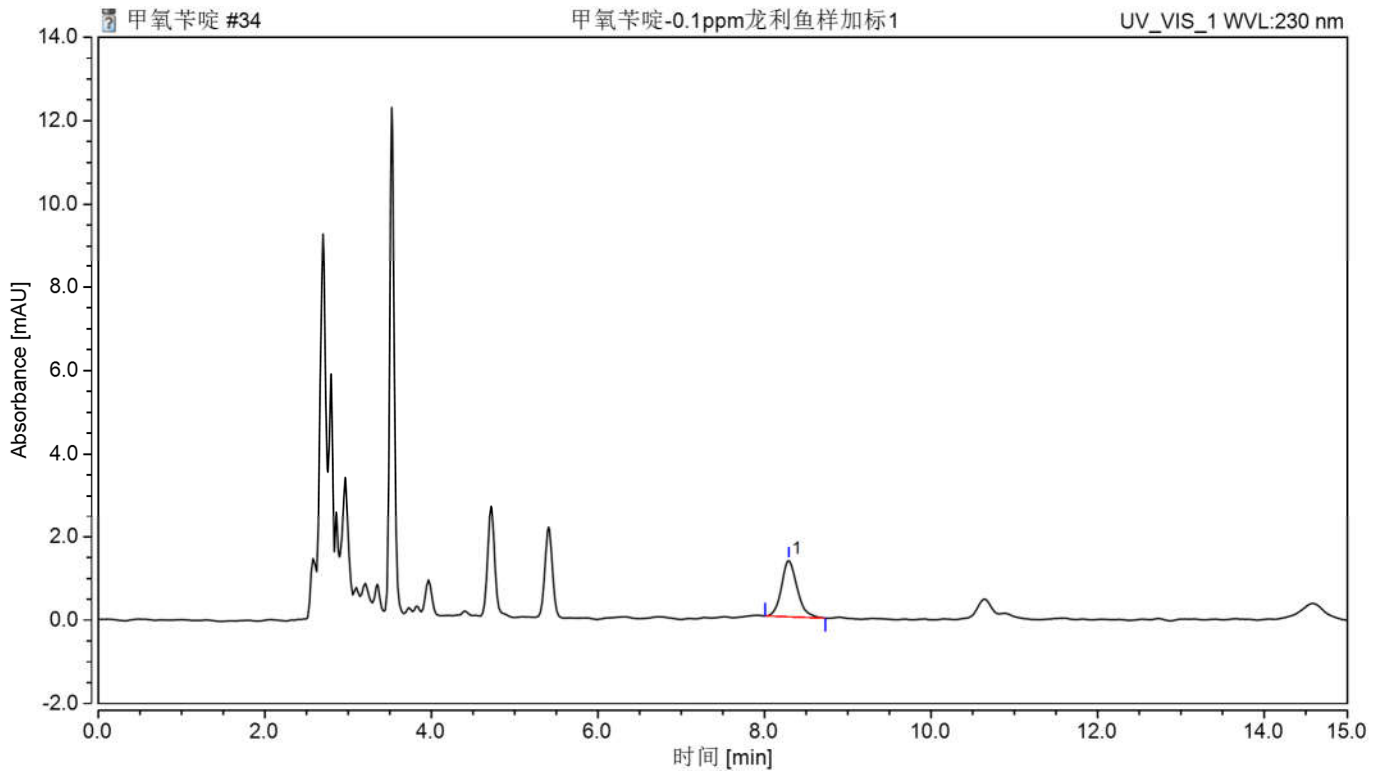


图 3. 龙利鱼样加标 0.02mg/kg 图谱

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

表 1.加标回收率表

名称	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD% (n=2)
甲氧苄啶	0.02	79.19	1.05

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00523-20016	SPE 小柱	Welchrom®P-SCX,60mg/3ml, 50pk
00837-05006	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