

动物性食品中磺胺类药物多残留的测定 GB 29694-2013

1、适用范围

适用于动物性食品中磺胺类药物的测定（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) 标准储备液：分别称取 1mg 磺胺甲基嘧啶、磺胺二甲基嘧啶、磺胺甲氧嘧啶、磺胺间甲氧嘧啶、磺胺异恶唑、磺胺二甲氧嘧啶，用甲醇溶解并稀释至 10mL，浓度为 0.1mg/mL

磺胺氯吡啶标准储备液：取 1mL 0.1mg/mL 标准品，用甲醇溶解并稀释至 10mL，浓度为 0.01mg/mL，作为磺胺氯吡啶的储备液。

2) 磺胺类药物混合标准工作液：取 0.1mL 磺胺甲基嘧啶标准储备液、磺胺二甲基嘧啶标准储备液、磺胺甲氧嘧啶标准储备液、磺胺间甲氧嘧啶标准储备液、磺胺异恶唑标准储备液、磺胺二甲氧嘧啶标准储备液和 1mL 磺胺氯吡啶标准储备液，用甲醇定容至 10mL，即 0.001mg/mL 磺胺类药物混合标准工作液。

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。

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

3、提取步骤

猪肉（搅碎）

- 1) 5g（精确至 0.05g）样置于 50mL 离心管中，加入 20mL 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 20mL 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 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 5g 样中精确加入 0.2mL 的 0.001mg/mL 磺胺类药物混合标准工作液，加标水平为 0.04mg/kg，机读数为 0.2mg/L。

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®ODS-3 4.6*250mm, 5μm

流动相：A-乙腈，B-0.1%甲酸水（梯度）

流速：1.000mL/min

柱温：30℃

进样量：20μL

检测波长：270nm

时间	%A	%B
0.000	17.0	83.0
5.000	17.0	83.0
10.000	20.0	80.0
22.300	40.0	60.0
22.400	90.0	10.0
30.000	90.0	10.0
31.000	17.0	83.0
48.000	17.0	83.0

7、色谱图或者加标回收率结果

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

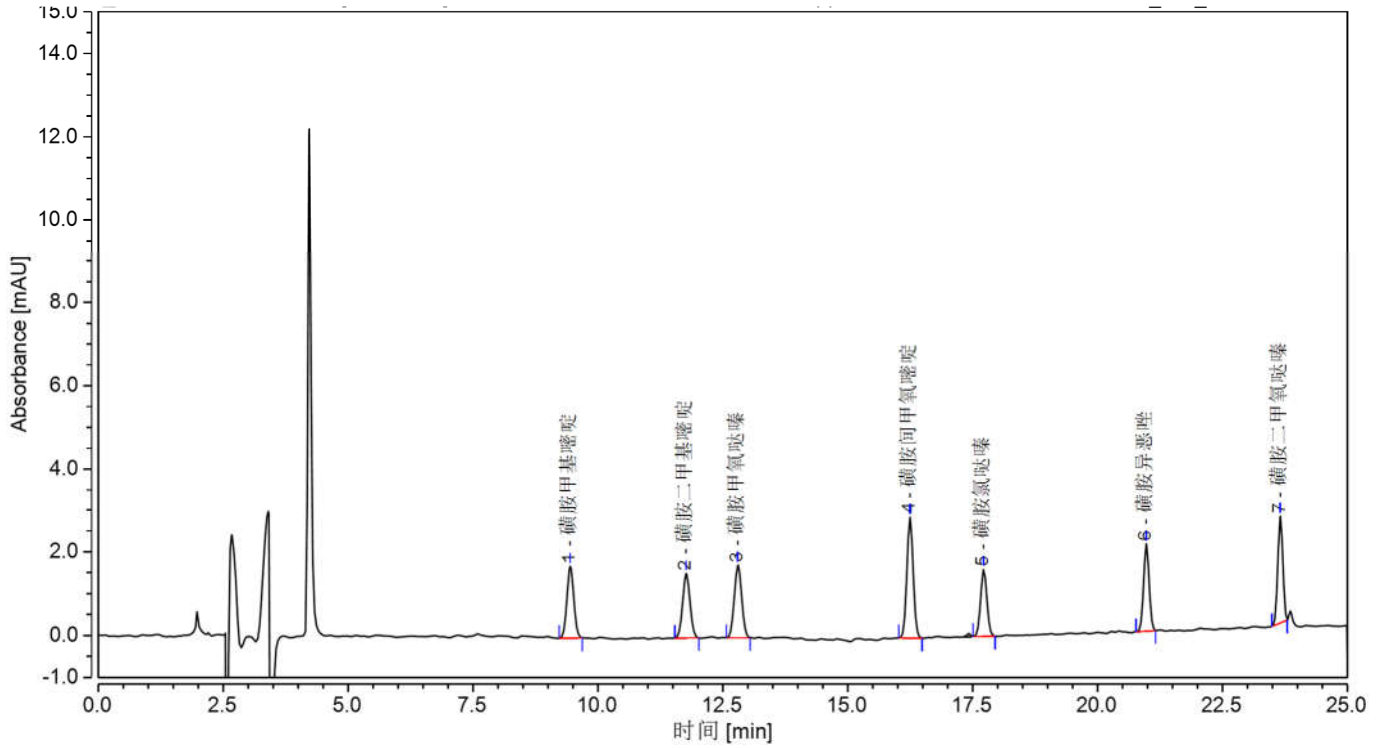


图 1、磺胺类药物混合 0.2 μ g/mL 图谱

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)
磺胺甲基嘧啶	9.442	0.273	1.715	13.20	1.14	8.89	22413
磺胺二甲基嘧啶	11.762	0.264	1.539	12.76	1.13	3.81	30104
磺胺甲氧哒嗪	12.798	0.300	1.737	14.49	1.07	13.63	34726
磺胺间甲氧嘧啶	16.245	0.426	2.890	20.60	1.04	6.34	78107
磺胺氯哒嗪	17.715	0.236	1.607	11.42	1.10	14.95	93097
磺胺异恶唑	20.972	0.270	2.090	13.03	1.09	13.63	168166
磺胺二甲氧哒嗪	23.655	0.300	2.552	14.50	0.98	n.a.	247276

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

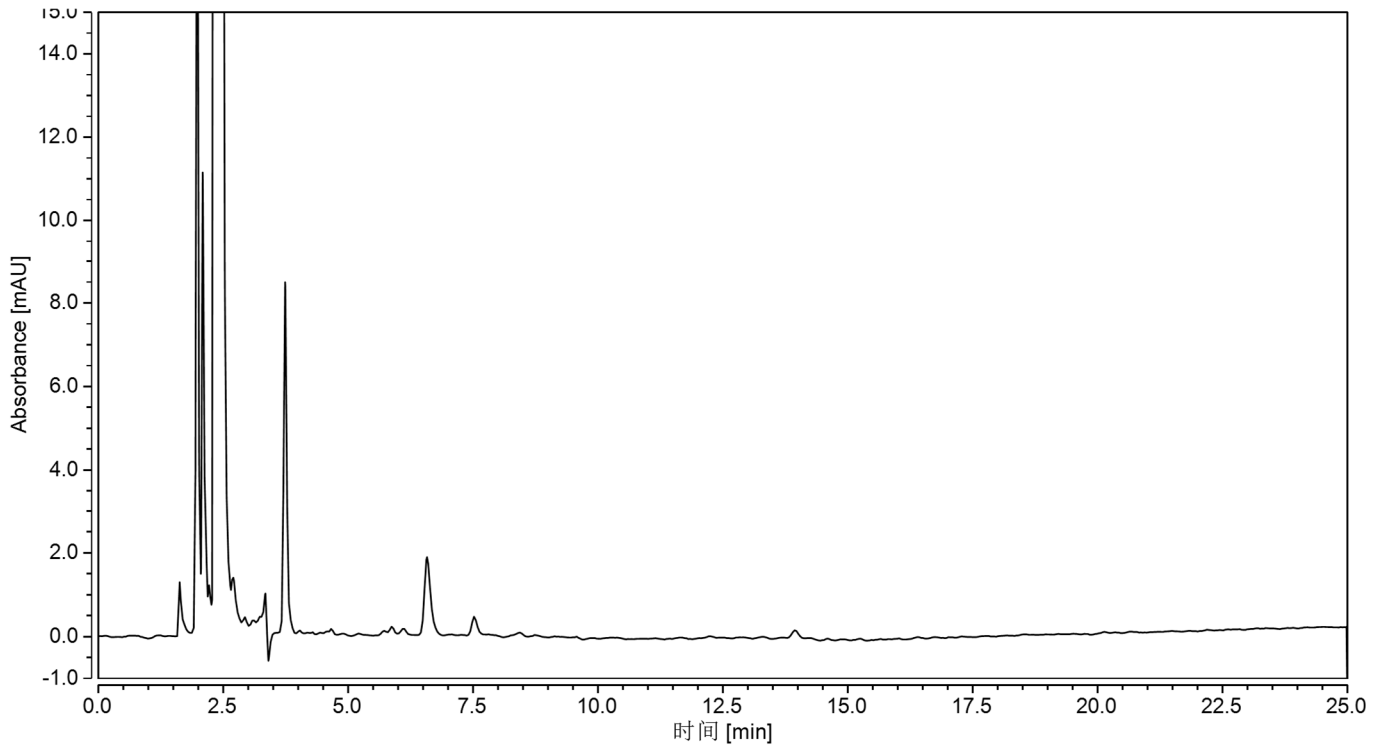


图 2、猪肉空白过柱图谱

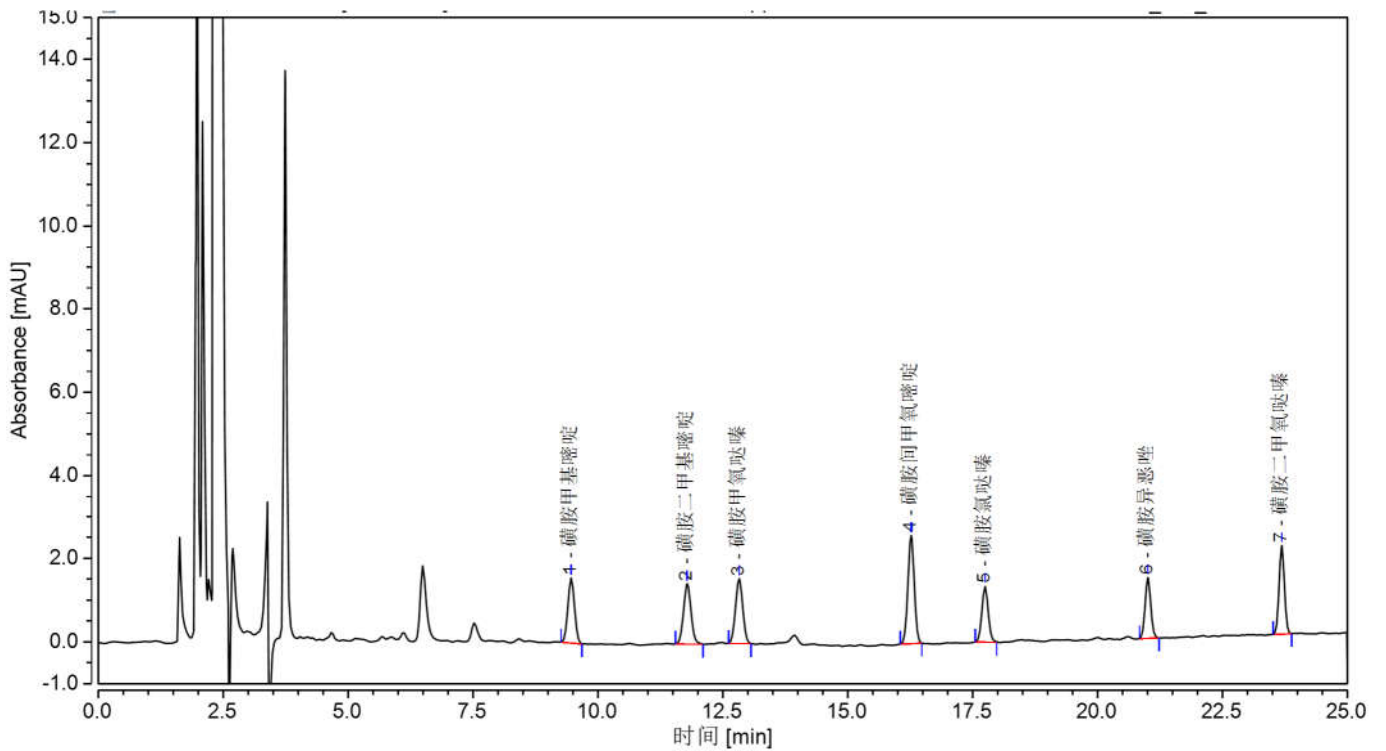


图 3、猪肉样加标 0.04mg/kg 图谱

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)
磺胺甲基嘧啶	0.4	91	3.68
磺胺二甲基嘧啶		94	2.45
磺胺甲氧哒嗪		88	0.92
磺胺间甲氧嘧啶		92	3.45
磺胺氯哒嗪		82	3.47
磺胺异恶唑		73	4.18
磺胺二甲氧哒嗪		89	2.04

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
00275-31043	液相色谱柱	Ultimate [®] ODS-3,4.6×250mm,5μm
00802-02201	针头式过滤器	进口 NY,13mm*0.22μm,100pk

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