

水产品中阿维菌素和伊维菌素残留量的测定 GB 29695-2013

1、适用范围

适用于鱼的可食性组织中阿维菌素和伊维菌素残留量的测定（该实验选用基质为龙利鱼）

参考标准：《GB 29695-2013 食品安全国家标准水产品中阿维菌素和伊维菌素多残留量的测定 高效液相色谱法》

2、溶液的配制

- 1) 标准贮备液：分别称取阿维菌素和伊维菌素 1mg，用甲醇溶解并定容至 10mL，浓度为 100 $\mu\text{g/mL}$
- 2) 标准工作液：吸取适量标准储备液，用甲醇溶解并定容至浓度为 0.1 $\mu\text{g/mL}$
- 3) 衍生试剂 A：取 N-甲基咪唑 1mL、乙腈 1mL，混匀，现配现用。
- 4) 衍生试剂 B：取三氟乙酸酐 1mL、乙腈 2mL，混匀，现配现用。
- 5) 流动相 A：量取甲醇 390mL 乙腈 550mL 加入 60mL 0.4% 乙酸溶液超声混匀
- 6) 流动相 B：量取甲醇 450mL 乙腈 550mL 超声混匀

3、提取步骤

称取试样 $5\text{g} \pm 0.05\text{g}$ ，于 50mL 具塞离心管中，加入无水硫酸钠 4g，加入 15mL 乙腈，涡旋混合 1min，超声提取 20min，4000r/min 离心 5min，取上清液于另一 50mL 离心管中，残渣中加入 10mL 乙腈，重复提取一次，合并提取液，在提取液中加入正己烷 10mL，涡旋充分混匀，4000r/min 离心 5min，弃去上层正己烷层，提取液中再加入 10 正己烷，重复操作一次，乙腈层于 50℃ 氮吹至干，待衍生

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

4、衍生步骤

于上述离心管中加衍生化试剂 A 100 μ L，盖紧塞子，涡旋 30s，再加入衍生化试剂 B 150 μ L，盖紧塞子，涡旋 30s，密封避光，室温下衍生 15min，加入甲醇 750 μ L，涡旋 30s，过 0.22 μ m 滤膜，供液相测定

5、注意事项

加标水平：5g 样中加入 50 μ L 0.1 μ g/mL 混合标准工作液，定容至 1mL，因此加标水平为 0.1 μ g/kg，最终机度数为 5 μ g/L。

标准要求，过无水硫酸钠柱和碱性氧化铝柱，但是目标物被强保留，更换洗脱剂也没有改善，后参考文献，用 C18E 小柱，阿维菌素回收率可以，但是伊维菌素回收仍然很差，最终取消净化步骤，直接上机，没有杂质干扰。

6、色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate[®] XB-C18, 4.6 \times 250mm, 5 μ m

流动相：A：3-5 B：3-6（梯度）

流速：1.5mL/min

柱温：35 $^{\circ}$ C

进样量：20 μ L

检测波长：激发波长 365nm，发射波长 475nm

时间/min	A%	B%
0	100	0
13	100	0
15	0	100

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

7、色谱图或者加标回收率结果

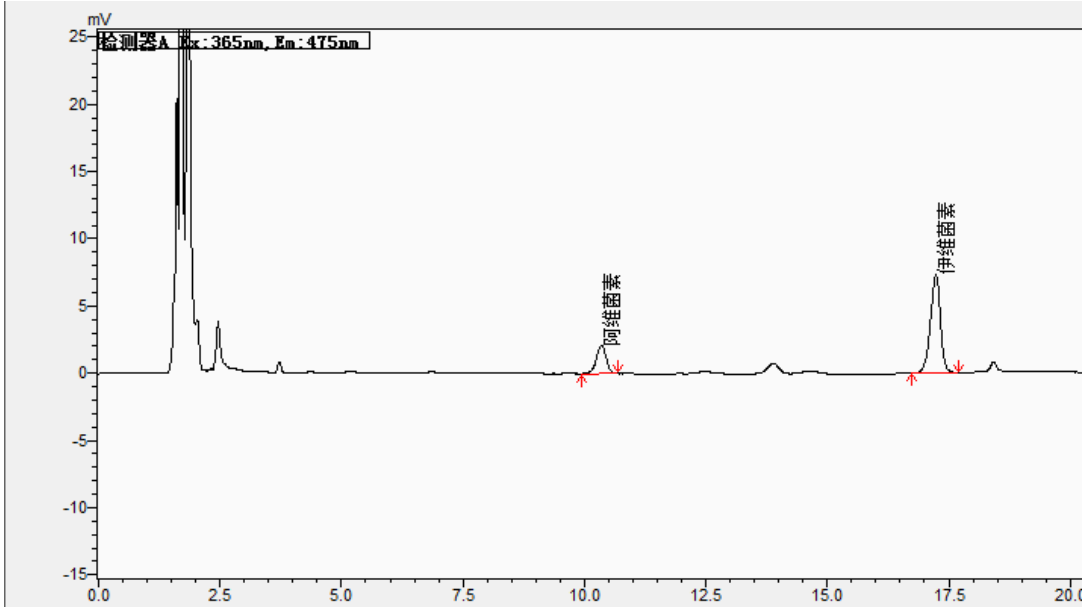


图 1. 对照品 5 µg/L 图谱

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)	(USP)
阿维菌素	10.352	29351	2116	21.821	0.942		12.099
伊维菌素	17.235	105156	7301	78.179	0.908	18.326	4.541

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

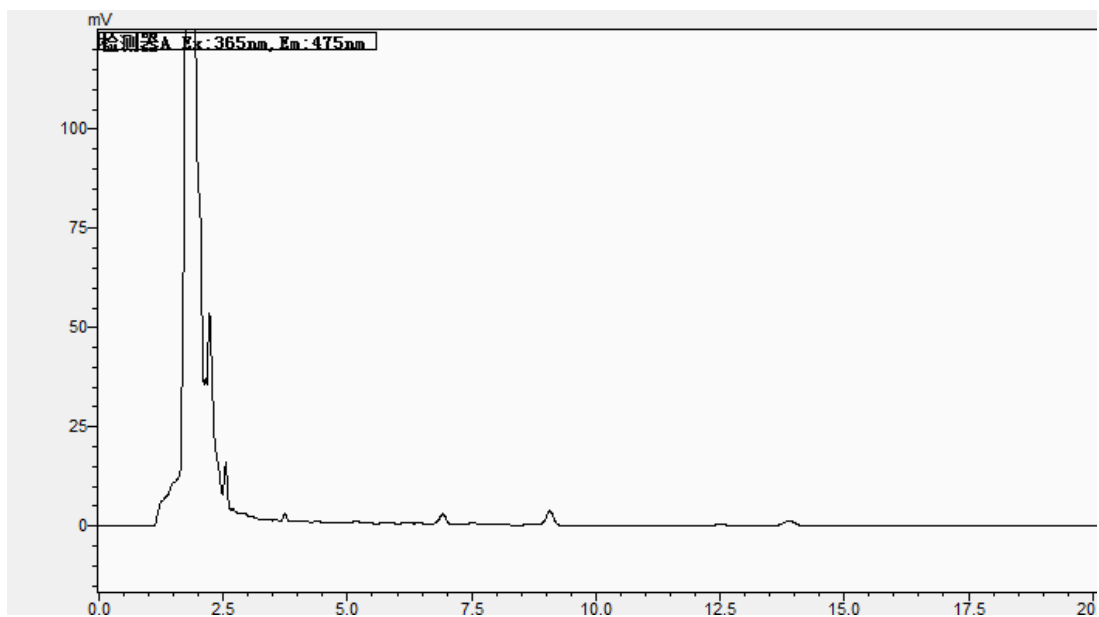


图 2.龙利鱼样品空白 图谱

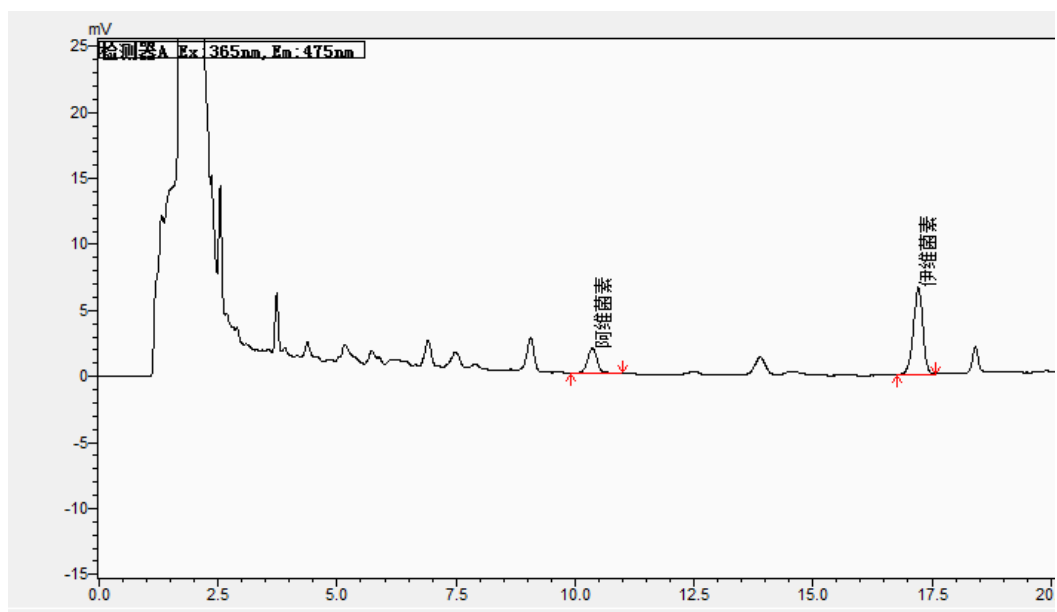


图 3. 龙利鱼样加标 0.1µg/kg 图谱

表 1.加标回收率表

名称	加标水平 µg/kg	平均回收率%	RSD %
阿维菌素	0.1	92	0.52
伊维菌素		96	3.58

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

8、相关产品信息

货号	名称	规格
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
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
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
00826-72470	阿维菌素标准溶液	阿维菌素标准溶液, CAS:71751-41-2, 1000 μg/ml 于甲醇, 1ml
00826-I087P100	伊维菌素标准品	CAS No. :70288-86-7, 100mg

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