

畜禽肉中保泰松残留量的测定 GB/T 20754-2006

1、适用范围

本标准适用于畜禽肉中的保泰松残留量的测定。（基质为猪肉）

参考标准：《GB/T 20754-2006 畜禽肉中保泰松残留量的测定》

2、溶液的配制

1. 0.05mol/L 乙酸铵水溶液：称取 1.95g 乙酸铵，用水溶解并定容于 500mL 容量瓶中。
2. 流动相：0.05 mol/L 乙酸铵溶液+甲醇+乙腈（50+37+13）
3. 溶液 A：0.25mg/mL，称取 0.125g 二硫苏糖醇，用乙酸乙酯溶解并定容至 500mL 容量瓶中。
4. 溶液 B:甲醇+溶液 A（1+7）用前制备
5. 溶液 C:甲醇+氨水+二氯甲烷+溶液 A（1+1+70+70）用前制备
6. 溶液 D: 吸取 2.0mL 冰醋酸和 4.0mL 甲醇于 100mL 容量瓶中，用二氯甲烷定容至刻度后，于等体积乙醚混合，用前制备
7. 标准储备液：50 μ g/mL 准确称取标准品 2.5mg，加少量甲醇溶解，再加入 2.5mL 溶液 A，用甲醇定容至 50mL 棕色容量瓶中，保存于 4 $^{\circ}$ C 冰箱中。
8. 标准工作液：精确量取 0.4mL 50 μ g/mL 标准储备液，用流动相稀释到 10mL，得到 2.0 μ g/mL 的标准中间液

3、提取步骤

称取试样 0.50g，置于 50mL 离心管中，加入 8mL 溶液 B，超声 10min,4000rpm 离心 5min,吸取上清液于另一离心管中；重复上述步骤两次。合并三次提取液，55 $^{\circ}$ C 氮吹至近干，待净化。

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、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom[®] Florsil PR 规格： 2g/12mL；

上样：用 5mL 溶液 C 分两次溶解残渣，分别倒入小柱中，使样液以小于 1.0mL/min 的流速通过小柱，弃去；

淋洗：用 1mL 溶液 C 洗柱,弃去；

洗脱:用 15mL 溶液 D 洗脱，收集于 15mL 离心管中，55℃氮吹至近干，残液用 1.0mL 流动相溶解、定容，过 0.22μm 有机微孔滤膜，待测。

5、注意事项

加标水平：在 1.0g 样中加入 25μL 2.0μg/mL 保泰松标准工作液，加标水平 0.05mg/kg，机读数为 0.05mg/L

6、色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate[®] XB-C18,4.6×150mm, 3μm

流动相：0.05 mol/L 乙酸铵溶液+甲醇+乙腈（50+37+13）

流速：0.800mL/min

柱温：30℃

进样量： 20μL

检测波长：270nm

7、色谱图和加标回收率

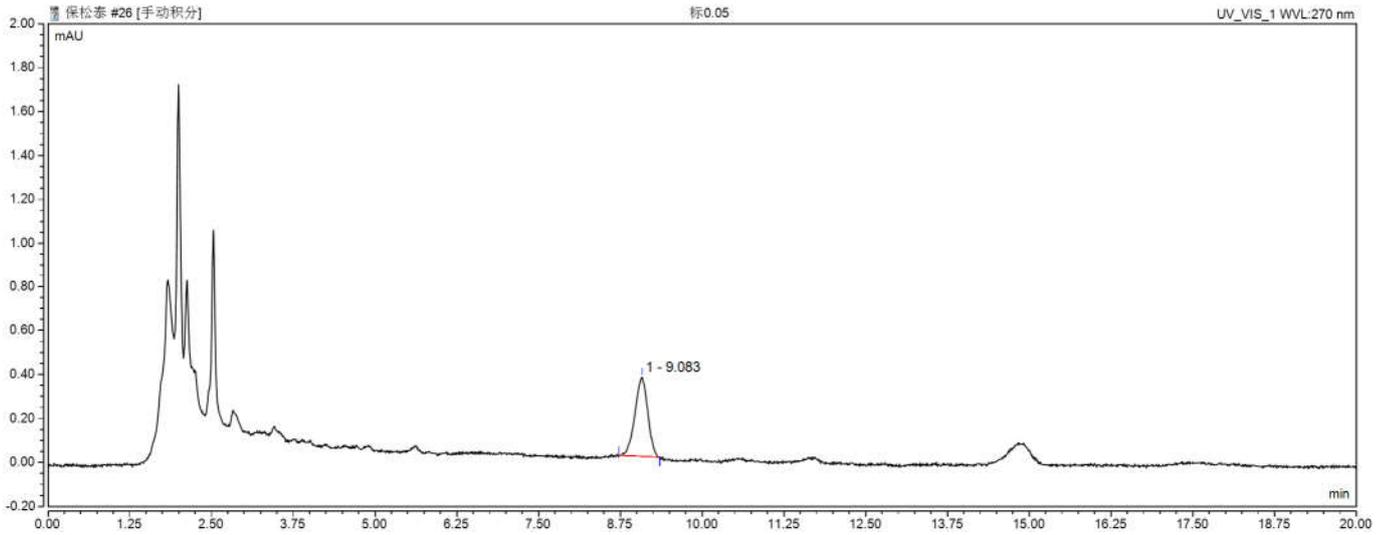


图 1.保泰松 0.05 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准图谱

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
喹烯酮	9.083	0.0816	0.36	100	0.93	n.a	10244

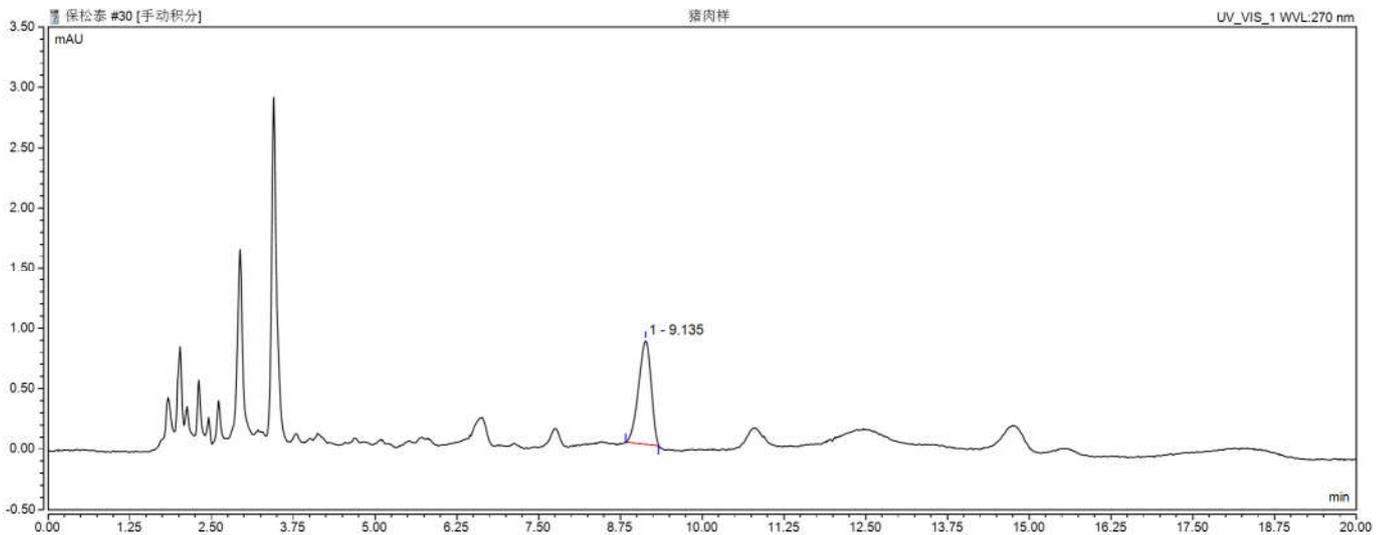


图 2. 猪肉空白样过柱图谱

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

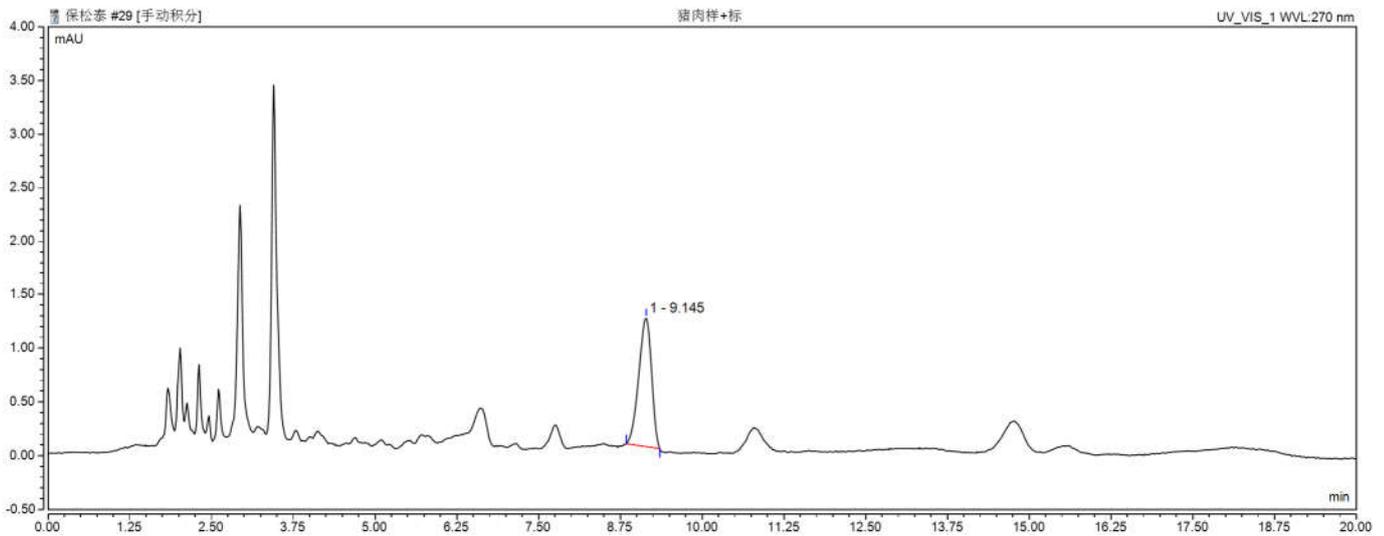


图 3.猪肉样加标 0.05mg/kg 图谱

表 1.加标回收率表

名称	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD %
异菌脲	0.05	96.57	1.97%

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00516-20008	SPE 小柱	Welchrom® Florisil PR,2g/12ml,20pk
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
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

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

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
00201-21041	液相色谱柱	Ultimate [®] XB-C18,4.6×150mm,3μm
	保泰松标准品	CAS: 50-33-9, 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