

动物源食品中硝基呋喃类代谢物的测定 GB/T 21311-2007

1、适用范围

适用于动物源性食品中硝基呋喃类代谢物的测定（本实验采用牛奶为样品）

参考标准：《GB/T 21311-2007 动物源性食品中硝基呋喃类药物代谢物残留量检测方法 高效液相色谱/串联质谱法》

2、溶液的配制

- 1) 标准贮备液：准确称取呋喃西林代谢物氨基脲(SEM)、呋喃妥因代谢物 1-氨基-2-内酰脲(AHD)、呋喃唑酮代谢物 3-氨基-2-恶唑烷基酮 (AOZ) 标准品各 10mg，置于 10mL 容量瓶中，用甲醇定容至刻度，该浓度为 1mg/mL；
- 2) 混合标准工作液：分别准确移取 0.1mL 标准贮备液，置于同一个容量瓶中，并用甲醇稀释并定容至 10mL，该浓度为 10 μ g/mL；
- 3) 0.2mol/L 盐酸：准确量取 17mL 浓盐酸，用水定容至 1L。
- 4) 1.0mol/L 氢氧化钠：准确称取 4g 氢氧化钠，用水溶解，并定容至 100mL。
- 5) 0.05mol/L 2-硝基苯甲醛：准确称取 0.075g 2-硝基苯甲醛，用二甲基亚砜溶解，并定容至 10mL，现配先用。
- 6) 0.1mol/L 磷酸氢二钾：
- 7) 乙腈/水（1:2）：量取 30mL 乙腈，加入 60mL 水，混匀。
- 8) 0.01mol/L 乙酸铵：称取 0.77g 乙酸铵，用水定容至 1L，并用甲酸调节 pH 至 3.5。

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

3、提取步骤

牛奶

- 1) 称取 2g 样品于 50mL 离心管中，往离心管中加入 20mL 0.2mol/L 盐酸，涡旋后，加入 0.4mL 0.05mol/L 2-硝基苯甲醛，充分涡旋后，置于 37℃ 恒温箱中，避光衍生 16h。
- 2) 衍生后，将上述衍生液，冷却至室温，加入 5mL 0.1mol/L 磷酸氢二钾，再用 1.0mol/L 氢氧化钠调节 pH 至 7.4，离心 10min（6000r/min），上清液待净化。

鸡蛋：样品前处理：生鸡蛋去壳，用均质器搅匀，冷藏保存，2-3 天

- 1) 称取 2g 样品于 50mL 离心管中，往离心管中加入 20mL 0.2mol/l 盐酸，涡旋后，加入 0.4mL 0.05mol/l 2-硝基苯甲醛，充分涡旋后，置于 37℃ 恒温箱中，避光衍生 16h。
- 2) 衍生后，将上述衍生液，冷却至室温，加入 5mL 0.1mol/l 磷酸氢二钾，再用 1.0mol/l 氢氧化钠 调节 pH 至 7.4，离心 10min（6000r/min），上清液待净化。

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom® BRP 规格： 60mg/3mL

活化：5mL 甲醇、10mL 水，弃去；

上样：待净化液 全部上样，弃去；

淋洗：10mL 水，弃去，并抽干小柱。

洗脱：8mL 乙酸乙酯洗脱，收集洗脱液于 15mL 离心管中，并抽干小柱。

复溶：40℃ 水浴氮气吹干，用乙腈/水（1:2）定容至 1mL，过 0.22 μ m 有机滤头，上机检测。

5、注意事项

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

1) 加标水平: 2g 样中加入 0.1mL 10 μ g/mL, 最后定容至 2mL, 该加标水平为 1 μ g/mL, 机读数为 0.5mg/kg。

6、色谱条件

色谱柱: 月旭 Ultimate® XB-C18 4.6*250mm, 5 μ m

流动相: 乙腈-0.01mol/L 乙酸铵

流速: 1.0mL/min

柱温: 30 $^{\circ}$ C

进样量: 20 μ L

检测波长: 280nm

7、色谱图或者加标回收率结果

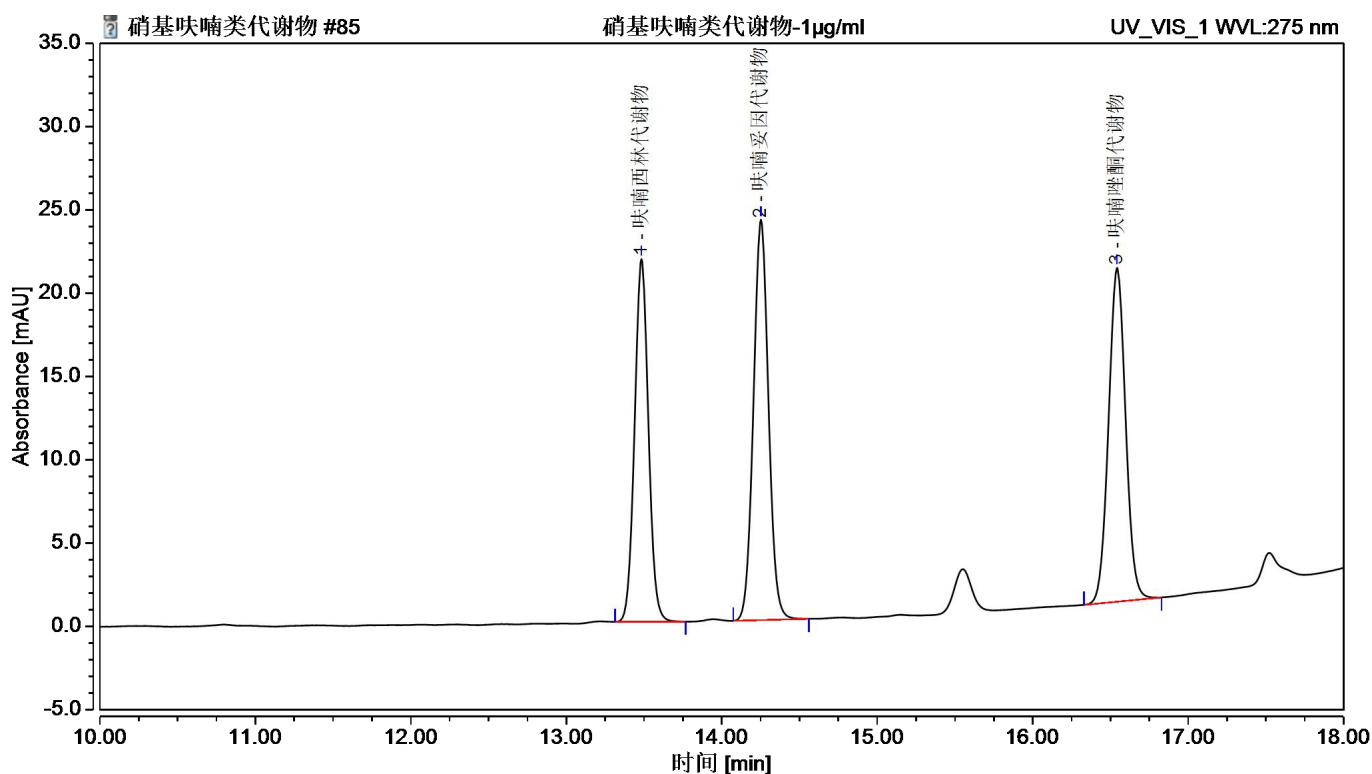


图 1.硝基呋喃类代谢物混标标准品 1 μ g/mL 图谱

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

峰名称	保留时间	峰面积	峰高	相对峰面积	拖尾因子	不对称度	分离度	塔板数
	min	mAU*min	mAU	%		(EP)	(EP)	(EP)
呋喃西林代谢物	13.483	2.244	21.770	29.96	1.06	1.05	4.58	111918
呋喃妥因代谢物	14.252	2.697	24.037	36.00	1.06	1.05	12.25	105524
呋喃唑酮代谢物	16.542	2.549	20.041	34.04	1.06	1.04	n.a.	109971

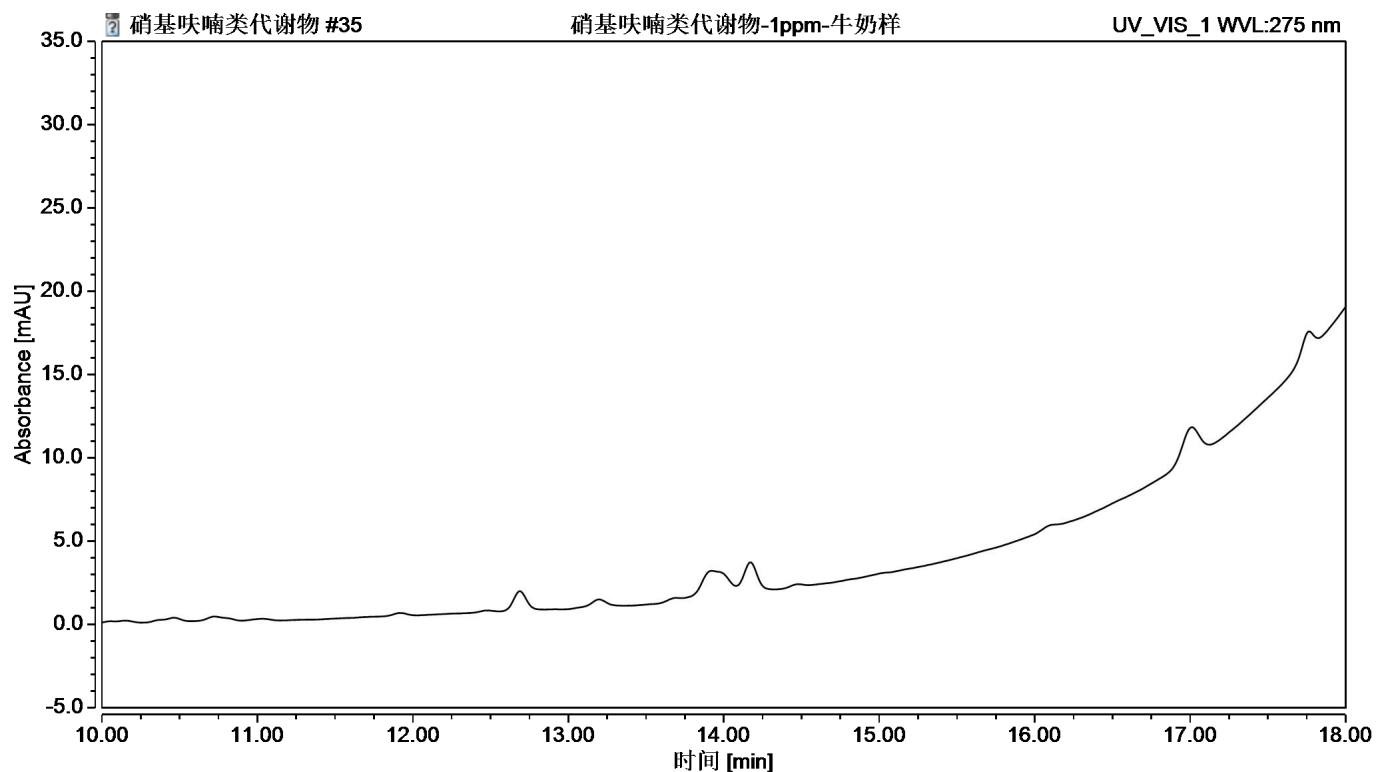


图 2 牛奶样过柱图谱

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

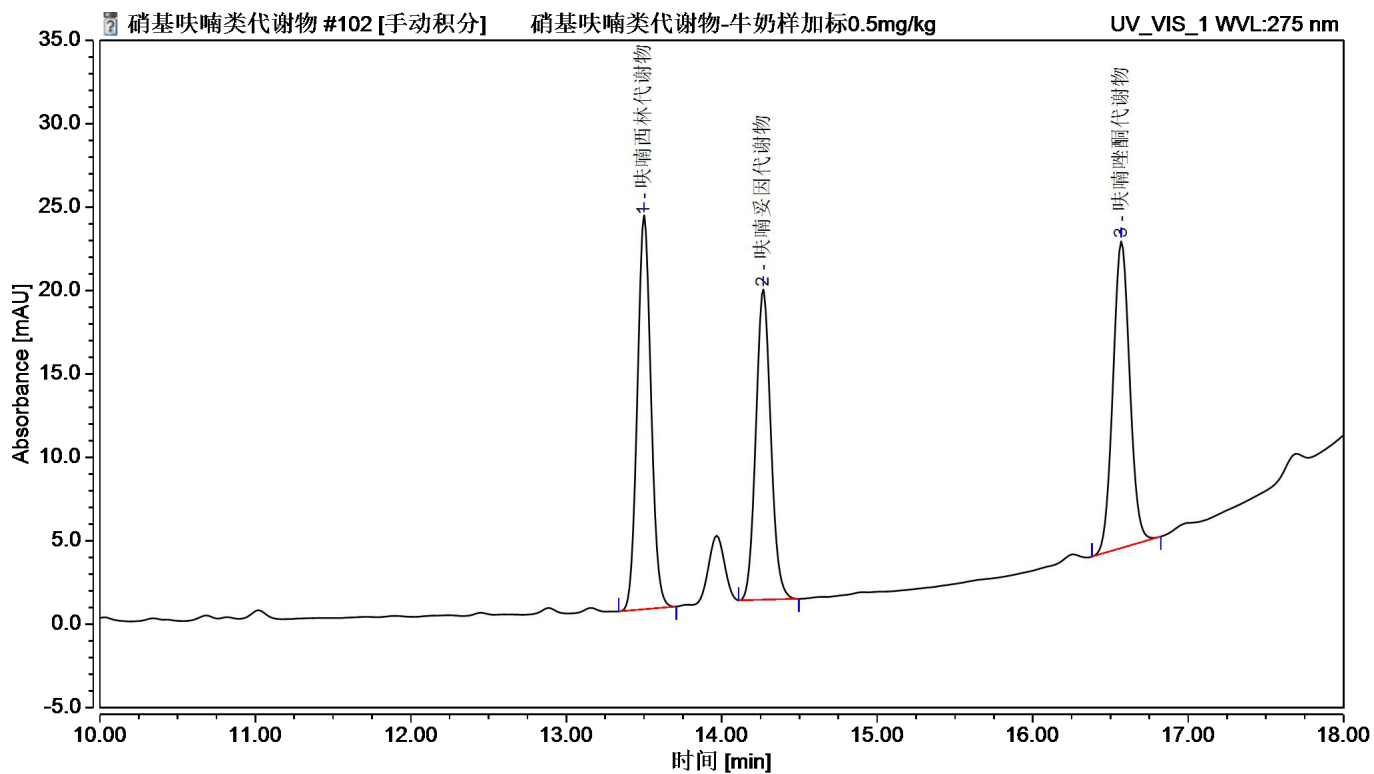


图 3 .牛奶样加标 0.5mg/kg 图谱

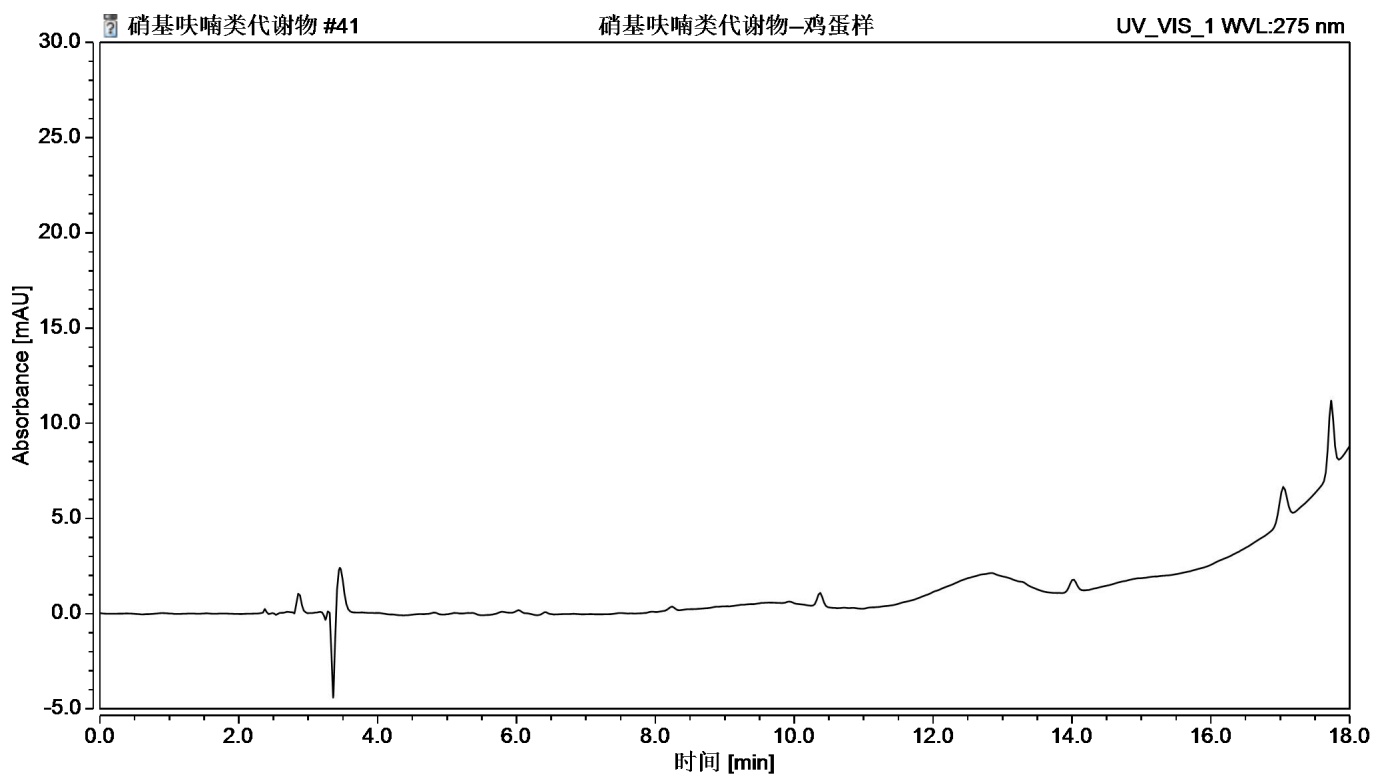


图 4 鸡蛋样过柱图谱

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

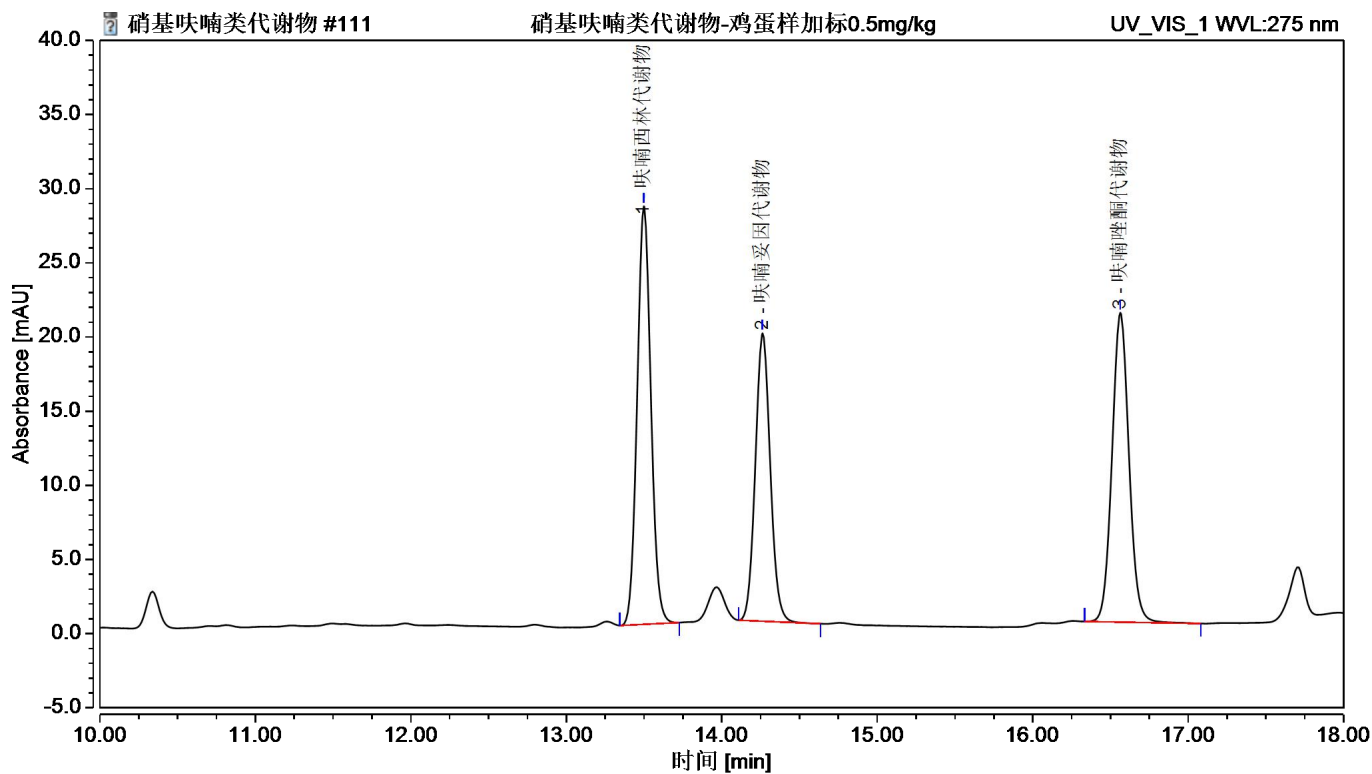


图 5 .鸡蛋样加标 0.5mg/kg 图谱

表 2. 回收表

	物质	加标水平	平均回收率	RSD 值
牛奶	呋喃西林代谢物	0.5mg/kg	113%	7.89%
	呋喃妥因代谢物		79%	3.25%
	呋喃唑酮代谢物		97%	8.94%
鸡蛋	呋喃西林代谢物	0.5mg/kg	126%	2.35%
	呋喃妥因代谢物		77%	7.48%
	呋喃唑酮代谢物		101%	2.51%

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
00522-20009	SPE 小柱	Welchrom® BRP,60mg/3mL, 50pk
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
S057D180702	呋喃西林代谢物	CAS:563-41-7
A105A180628	呋喃妥因代谢物	CAS:2827-56-7
A164D181030	呋喃唑酮代谢物	CAS:80-65-9

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