

月旭科技动物性食品中氟喹诺酮类药物残留检测测定

1、适用范围

适用于猪的肌肉，脂肪，肝脏和肾脏中恩诺沙星，环丙沙星的药物残留检测。

参考标准：农业部 1025 号公告-14-2008 《动物性食品中氟喹诺酮类药物残留检测 高效液相色谱法》

2、溶液的配制

标准贮备液：称取恩诺沙星，环丙沙星对照品各 10mg，用 0.03mol/L 氢氧化钠溶液溶解并定容到 10mL,浓度为 1mg/mL。

标准工作液：各移取 0.01 μ l 1mg/mL 恩诺沙星和环丙沙星标准贮备液，用乙腈定容到 10mL,浓度为 1 μ g/ml。

5.0mol/L 氢氧化钠溶液：取氢氧化钠饱和液 28ml，加水稀释至 100mL。

0.03mol/L 氢氧化钠溶液：取 5.0mol/L 氢氧化钠溶液 0.6mL,加水稀释至 100mL。

磷酸盐缓冲溶液(用于肌肉,脂肪组织)：取磷酸二氢钾 6.8g,加水使溶解并稀释至 500mL,用 5.0mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 至 7.0。

0.05mol/L 磷酸 /三乙胺溶液：取浓磷酸 3.4mL，用水稀释至 1000mL，用三乙胺调 pH 到 2.4。

3、提取步骤

肌肉：称取 2g (\pm 0.05g) 试样，加入 10mL 磷酸盐缓冲溶液，放入一颗均质子，振荡 1min，离心 5min (8000r/min)，移取上清液；重复提取一次，往残渣中加入 10mL 磷酸盐缓冲溶液，振荡 1min，离心 5min (8000r/min)，移取上清液并合并，混匀，带净化。

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：321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom®BRP 规格：60mg/3mL。

活化：3mL 甲醇，3mL 水，弃去

上样：移取 5mL 带净化液，弃去

淋洗：2mL 水，弃去并抽干小柱

洗脱：2mL 甲醇，收集于 15mL 离心管中，抽干

洗脱液过 0.45 μm 滤膜，上 HPLC 检测。

5、注意事项

- 1) 上样速度不能过快，控制好流速；
- 2) 样品需均质完全，否则提取不完全，导致不能完全吸附在小柱上
- 3) 加标水平：2g 样中加入 0.08mL 1μg/ml 混标，最终定容到 2mL，因此加标水平分别为 20μg/kg，最终机读数为 0.01μg/mL。

6、色谱条件

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

流动相：0.05mol/L 磷酸 /三乙胺溶液:乙腈=82: 18

流速：0.8mL/min

柱温：室温

进样量：20μL

检测波长：激发波长 280nm；发射波长 450nm

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: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

7、色谱图或者加标回收率结果

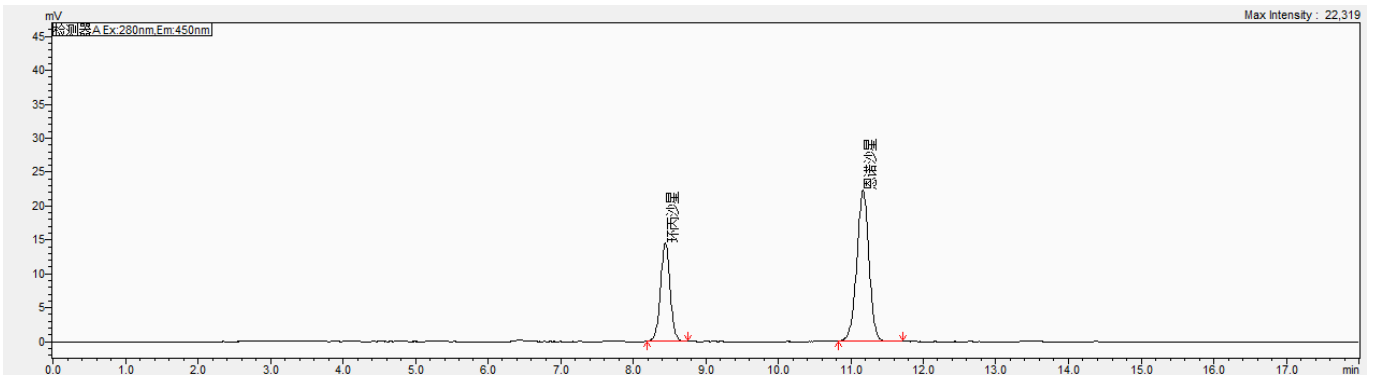


图 1. 恩诺沙星,环丙沙星标准品 0.01mg/L 图谱

| 序号 | 峰名称 | 保留时间 | 峰面积 | 峰高 | 相对峰面积 | 拖尾因子 | 分离度 | 理论塔板数高度 (USP) |
|----|------|--------|--------|-------|--------|-------|-------|---------------|
| 1 | 环丙沙星 | 8.444 | 134128 | 14532 | 33.901 | 1.002 | - | 8.22 |
| 2 | 恩诺沙星 | 11.170 | 261518 | 22250 | 66.099 | 0.967 | 9.667 | 7.39 |

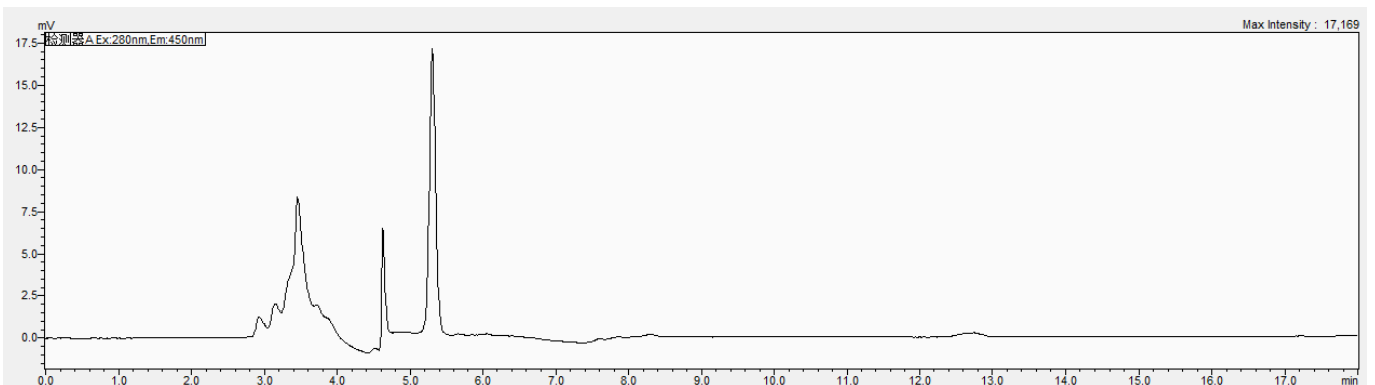


图 2 肌肉样品图谱

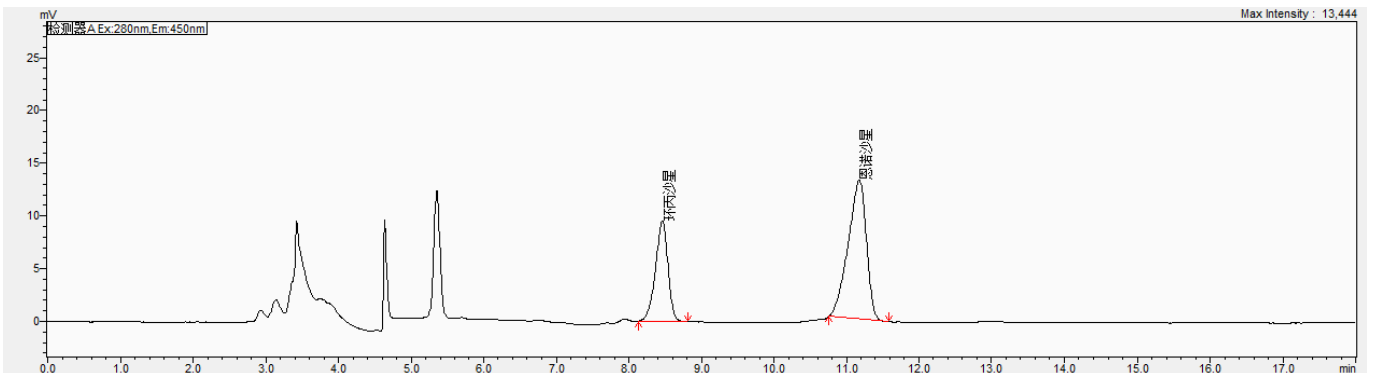


图 3 肌肉样品加标 20µg/kg 图谱

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: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

表 1：加标回收率

| 名称 | 加标水平 $\mu\text{g}/\text{kg}$ | 平均回收率% | RSD% N=3 |
|------|------------------------------|--------|----------|
| 环丙沙星 | 20 $\mu\text{g}/\text{kg}$ | 79% | 6.69% |
| 恩诺沙星 | | 86% | 4.75% |

8、相关产品信息

| 货号 | 名称 | 规格 |
|-------------|------------------|---|
| 00522-20009 | Welchrom® BRP | 60mg/3ml, 50pk |
| 00000-30016 | 50mL 尖底离心管 | 50ml 螺口尖底离心管, 50 支/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 | Ultimate® XB-C18 | 4.6×250mm, 5 μm |
| | 恩诺沙星标准品 | CAS 号: 93106-60-6 |
| | 环丙沙星标准品 | CAS 号: 85721-33-1 |

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:321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com