



中华人民共和国水产行业标准

SC/T 3028—2006

水产品中噁喹酸残留量的测定 液相色谱法

Determination of oxolinic acid residues in aquatic products
Liquid chromatography method

2006-07-10 发布

2006-10-01 实施



中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准附录 A 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国农业部提出。

本标准由全国水产标准化技术委员会水产品加工分技术委员会归口。

本标准起草单位：国家水产品质量监督检验中心。

本标准主要起草人：李兆新、耿霞、冷凯良、王慧、刘晋湘、王联珠、李晓川。

水产品中噁唑酸残留量的测定 液相色谱法

1 范围

本标准规定了水产品中噁唑酸残留量的液相色谱测定方法。

本标准适用于水产品可食部分中噁唑酸残留量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

水产品样品中噁唑酸用乙酸乙酯提取,浓缩后,用流动相溶解残渣,正己烷脱去脂肪,利用噁唑酸的荧光性质,采用具有荧光检测器的液相色谱仪检测,外标法定量。

4 试剂

除另有规定外,所有试剂均为分析纯,试验用水符合 GB/T 6682 一级水要求。

4.1 乙酸乙酯:取无水硫酸钠 25 g 于 500 mL 乙酸乙酯中,摇匀,放置清晰即可。

4.2 正己烷。

4.3 乙腈:色谱纯。

4.4 四氢呋喃:色谱纯。

4.5 无水硫酸钠:650℃灼烧 4 h,冷却后贮存于密封容器中。

4.6 0.03 mol/L 氢氧化钠溶液:取 1.2 g 氢氧化钠于烧杯中,加水 1 000 mL 溶解。

4.7 0.02 mol/L 磷酸:取 85% 磷酸(优级纯)1.36 mL,用水稀释至 1 000 mL。

4.8 噁唑酸标准品:纯度大于 99%。

4.9 噁唑酸标准储备液:准确称取噁唑酸标准品 50.0 mg,用 0.03 mol/L 氢氧化钠溶液溶解并稀释至浓度为 1.0 mg/mL,4℃ 保存。有效使用期为一个月。

4.10 噁唑酸系列标准使用液:用乙腈将标准储备液稀释至 1.0 μg/mL 作为标准工作液。准确量取噁唑酸标准工作液,配成浓度分别为 0.01 μg/mL、0.02 μg/mL、0.05 μg/mL、0.1 μg/mL、0.2 μg/mL 的标准使用液,此溶液临用时配制。

5 仪器和设备

5.1 匀浆机。

5.2 旋转蒸发器。

5.3 分析天平,感量 0.000 1 g。

5.4 天平,感量 0.01 g。

5.5 离心机:4 000 r/min。

5.6 涡旋混合器。

5.7 液相色谱仪,具荧光检测器。

5.8 离心管:50 mL,25 mL。

5.9 鸡心瓶:50 mL。

5.10 刻度离心管:5 mL。

6 样品制备

6.1 样品预处理

将鱼去鳞,去皮,沿背脊取肌肉;虾去头、去壳,取可食肌肉部分;其他水产样品取可食部分,切为不大于0.5 cm×0.5 cm×0.5 cm的小块,充分匀浆,备用。

6.2 样品提取

称取样品2 g(精确到0.01 g)于50 mL离心管中,加入乙酸乙酯15 mL,无水硫酸钠2 g,10 000 r/min~12 000 r/min匀浆提取30 s,4 000 r/min离心5 min,上清液转入50 mL鸡心瓶中;另取一25 mL离心管加入10 mL乙酸乙酯,清洗匀浆机刀头,清洗液移入上述50 mL离心管中,用玻璃棒捣碎离心管中的沉淀,涡旋混匀1 min,4 000 r/min离心5 min,上清液合并至50 mL鸡心瓶中。

6.3 样品净化及浓缩

提取液40℃~50℃下真空浓缩至近干,立即精确加入2.0 mL流动相溶解,再加入1 mL正己烷,涡旋混匀1 min,转入5 mL离心管中,4 000 r/min离心10 min,弃去正己烷层(如脂肪较多,可用正己烷重复提取一次)。提取液经0.45 μm滤膜过滤后供液相色谱分析。

7 测定

7.1 色谱条件

色谱柱:C₁₈反相柱,250 mm×4.6 mm,5 μm,或其他性能相当的色谱柱。

流动相:0.02 mol/L磷酸:乙腈:四氢呋喃=65:20:15,流速为1.0 mL/min。

检测器波长:激发波长325 nm,发射波长369 nm。

7.2 色谱分析

7.2.1 工作曲线测定

分别取标准使用溶液20 μL进样,以峰面积为纵坐标,以标准溶液中噻嗪酸含量为横坐标,绘制工作曲线。

7.2.2 样品测定

样品提取液20 μL进样,记录峰面积,从工作曲线查得样品提取液中噻嗪酸的含量。

8 空白试验

除不加试样外,均按上述测定步骤进行。

9 结果

9.1 计算

按式(1)计算样品中噻嗪酸残留量。计算结果需扣除空白值

$$X = \frac{C \times V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- X ——试样中的嘧啶酸的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
 C ——样品提取液中嘧啶酸的含量,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
 V ——最终定容体积,单位为毫升(mL);
 m ——样品质量,单位为克(g)。

9.2 方法回收率

本方法的回收率 $\geq 75\%$ 。

9.3 方法检出限

本方法检出限为 0.01 mg/kg 。

9.4 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的差值不得超过算术平均值的 10% 。

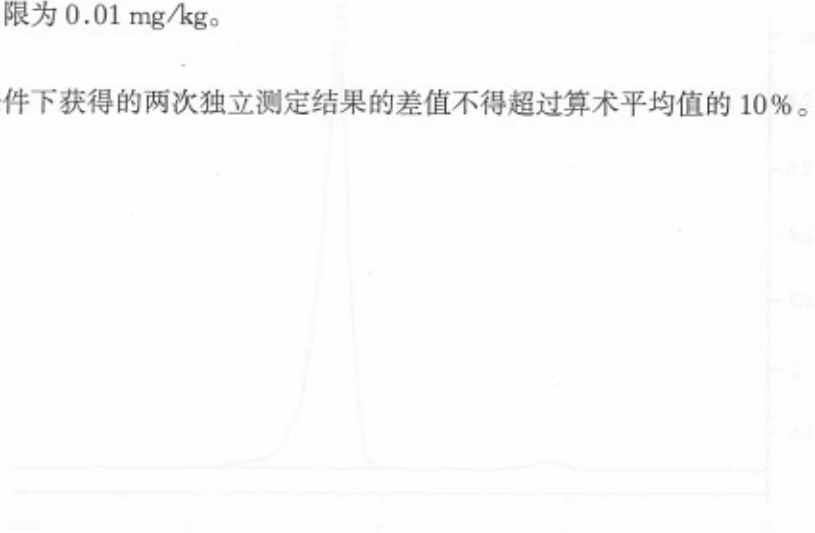


图 1 嘧啶酸标准品色谱图

附录 A
(资料性附录)
噻唑酸标准品的液相色谱图

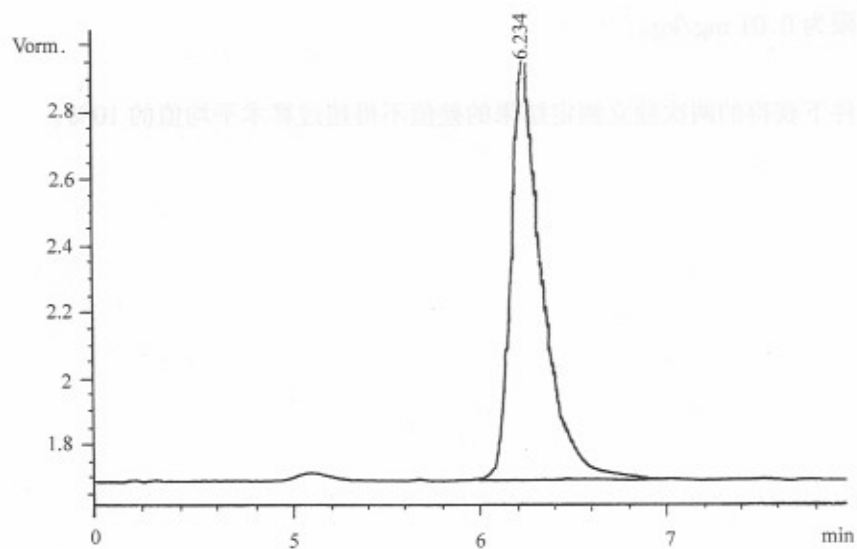


图 A.1 噻唑酸标准谱图