

水产品中喹烯酮残留量的测定农业部 1077 号公告-4-2008

1、适用范围

本标准适用于水产品中喹烯酮残留量的测定。（基质为龙利鱼和小鱼干）

参考标准：《农业部 1077 号公告-4-2008 水产品中喹烯酮残留量的测定 高效液相色谱法》

2、溶液的配制

1. 标准储备液：准确称取喹烯酮标准品 10mg，加少量乙腈溶解，用乙腈定容至 100mL 棕色容量瓶中，保存于 2℃~8℃冰箱中（保存期不超过 1 个月）。该喹烯酮标准储备液浓度为 100μg/mL。

2. 标准工作液：将标准储备液用乙腈稀释至 10μg/mL 作为标准中间液，准确量取标准中间液，用流动相分别稀释得到 0.02μg/mL、0.05μg/mL、0.1μg/mL、0.2μg/mL、0.5μg/mL、1.0μg/mL 标准工作液

3、提取步骤

分析天平取样 5.00g 于 50mL 具塞离心刻度试管中，加入 8mL 水，匀浆 30s，加入乙酸乙酯 15mL，涡旋振荡 3min，4500rpm 离心 5min，取上清液于 100mL 鸡心瓶中。

另取一 50mL 离心管加入 15mL 乙酸乙酯，涡旋振荡 3min，4500rpm 离心 5min，取上清液于 100mL 鸡心瓶中。再继续重复一次上述操作。合并三次提取液。

提取液于 40℃ 水浴旋转蒸发至干，加 1.0mL 流动相溶解，涡旋振荡 1min，经 0.22μm 有机微孔滤膜过滤后备用

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom® Alumina-N 规格:1000mg/6mL

备用液直接过柱，收集滤液过 0.22μm 有机微孔滤膜，待测。

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

5、注意事项

加标水平：在 1.00g 样中加入 50 μ L 1.0 μ g/mL 喹烯酮标准工作液，加标水平 5mg/kg，机读数为 0.05mg/L

6、色谱条件

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

流动相：A：乙腈 B：水（等度 A:B=50:50）

流速：1.000mL/min

柱温：30 $^{\circ}$ C

进样量：20 μ L

检测波长：312nm

7、色谱图和加标回收率

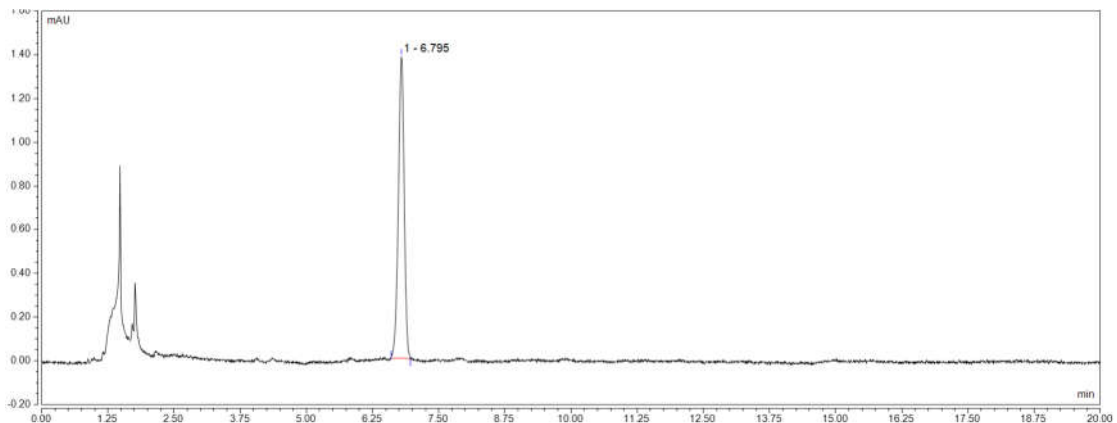


图 1. 喹烯酮 0.05 μ g/mL 标准图谱

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	6.795	0.1756	1.38	100	0.94	n.a	18818

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

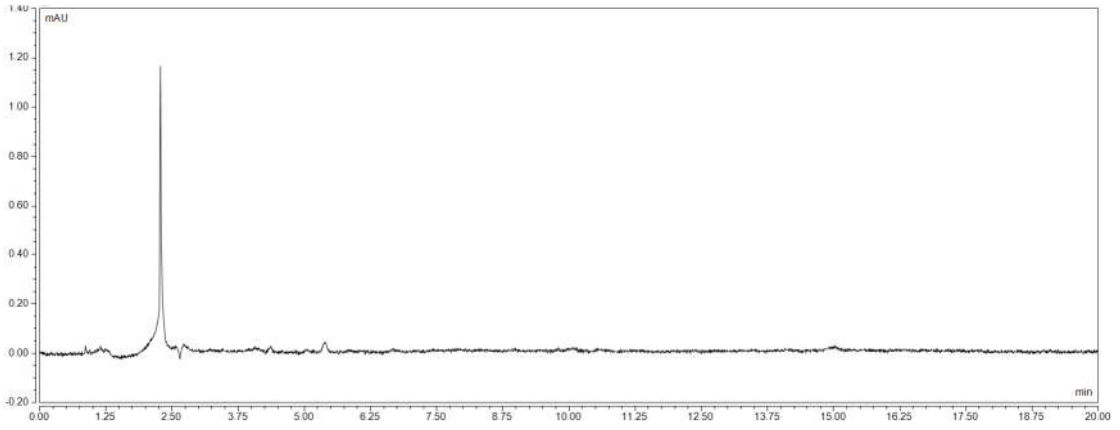


图 2. 龙利鱼空白样过柱图谱

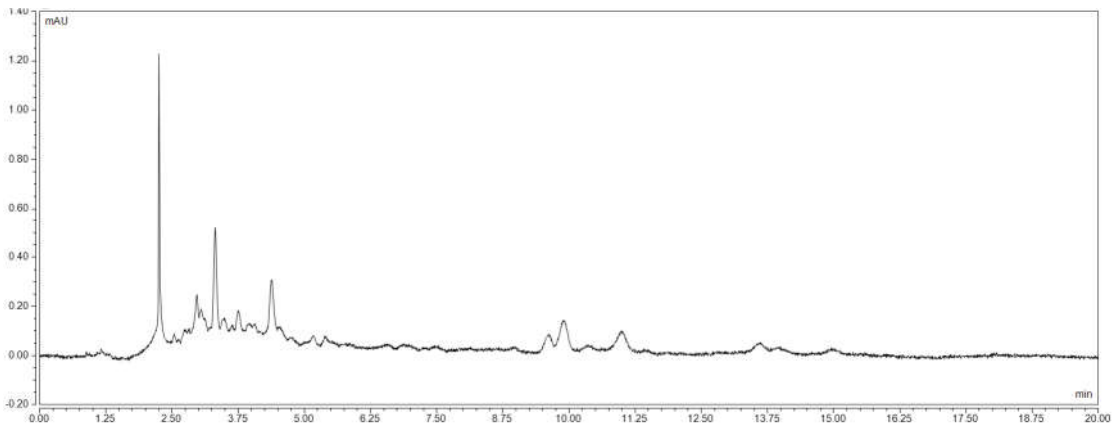


图 3. 小鱼干空白样过柱

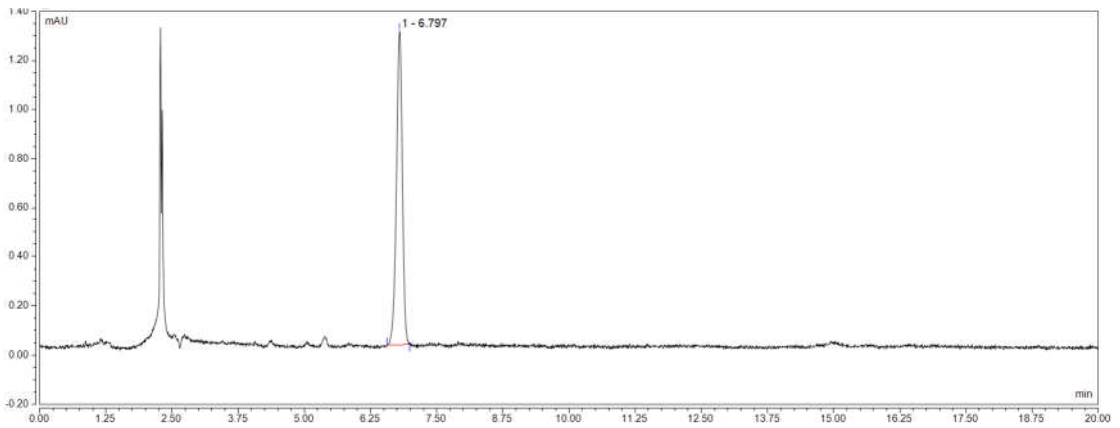


图 4. 龙利鱼样加标 5mg/kg 图谱

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:321000

E-mail:Lingyuyu@weLchmat.com

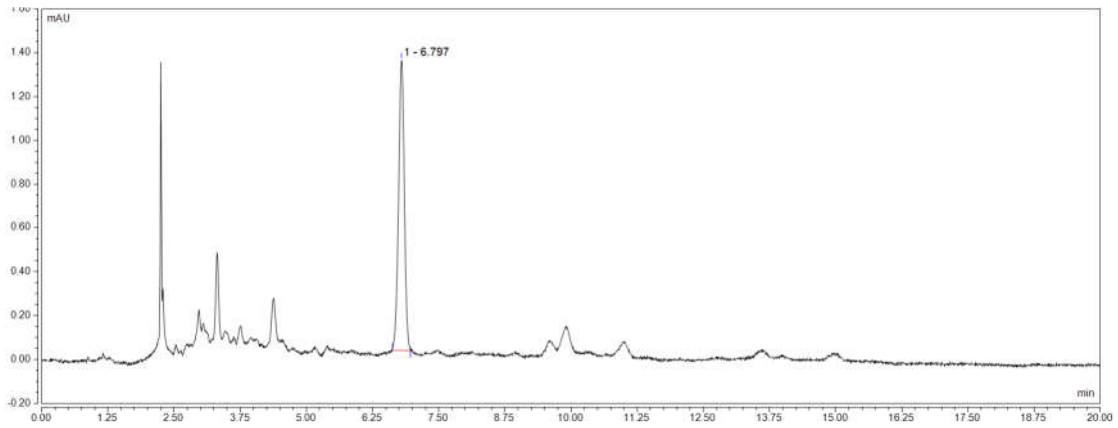


图 5.小鱼干样加标 5mg/kg 图谱

表 1.加标回收率表

名称	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD %
龙利鱼	5	95.78%	2.77%
小鱼干	5	96.26%	0.50%

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00518-20007	SPE 小柱	Welchrom® Alumina-N,1000mg/6ml,30pk
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
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

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

00201-31043	液相色谱柱	Ultimate [®] XB-C18,4.6×250mm,5μm
CDAA-280867	喹烯酮标准品	CAS:81810-66-4, 10mg

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