

动物性食品中氟喹诺酮类药物残留的检测

农业部 1025 号公告-14-2008

1、适用范围

本标准规定了动物性食品中达氟沙星、恩诺沙星和环丙沙星药物残留检测的高效液相色谱检测方法。

本标准适用于猪与鸡的肌肉、肝脏和肾脏中达氟沙星、恩诺沙星和环丙沙星药物残留的检测。（本实验样品为鸡肉）

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

- 1) 5.0mol/L 氢氧化钠溶液：称取 20g 氢氧化钠固体于 100mL 容量瓶中，用水定容至刻度。
- 2) 0.1mol/L 氢氧化钠溶液：量取 2.0mL 5.0mol/L 氢氧化钠溶液于 100mL 容量瓶中，用水定容至刻度。
- 3) 0.05mol/L 磷酸/三乙胺溶液：量取 3.4mL 浓磷酸，用水稀释至 1000mL，再用三乙胺调 pH 至 2.4。
- 4) 磷酸盐缓冲溶液：称取 6.8g 磷酸二氢钾，用水稀释至 500mL，并用 5.0mol/L 氢氧化钠溶液调 pH 至 7.0。
- 5) 达氟沙星标准储备液：称取 5mg 达氟沙星标准品，用甲醇定容至 10mL，配制成 500 μ g/mL 的标准储备液。
- 6) 恩诺沙星标准储备液：称取 5mg 恩诺沙星标准品，用甲醇定容至 10mL，配制成 500 μ g/mL 的标准储备液。



7) 环丙沙星标准储备液：称取 5mg 环丙沙星标准品，用 0.1mol/L 氢氧化钠溶液定容至 10mL，配制成 500 μ g/mL 的标准储备液。

8) 达氟沙星、恩诺沙星、环丙沙星标准工作液：分别都吸取三种标准储备液各 0.4mL，用 0.1mol/L 氢氧化钠溶液分别都定容到 10mL，配置成对应的 20 μ g/mL 的标准工作液。

9) 混合标准工作液：吸取 0.1mL 达氟沙星标准工作液、0.5mL 恩诺沙星、环丙沙星标准工作液，混合，再用 0.1mol/L 氢氧化钠溶液定容至 10mL，配制成混合工作液。

3、提取步骤

准确称取鸡肉样品 2.0g 于离心管中，加入磷酸盐缓冲溶液 10.0mL，混匀，超声 10min，8000r/min 离心 10min，上清液转移至另一支离心管中，残渣再加入磷酸盐缓冲溶液 10.0mL，重复上述提取步骤，合并上清液，备用。

4、净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom® BRP 小柱，规格：200mg/6mL

活化：2mL 甲醇，2mL 磷酸盐缓冲溶液，弃去；

上样：5mL 上清液，弃去；

淋洗：1mL 水，抽干，弃去；

洗脱：5mL 流动相，抽干，收集；

收集到的洗脱液过 0.22 μ m 微孔滤膜，供上机检测。

5、注意事项



- 1) 加标水平：2g 样品中加入 500 μ L 混合工作液，因此达氟沙星加标水平为 0.05mg/kg，最终机度数为 5 μ g/L；恩诺沙星、环丙沙星加标水平为 0.25mg/kg，最终机度数为 25 μ g/L。

6、色谱条件

6.1 高效液相色谱条件

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

流动相：0.05mol/L 磷酸溶液/三乙胺：乙腈=82：18，等度洗脱

流速：0.8mL/min

柱温：25 $^{\circ}$ C

进样量：20 μ L

检测器：荧光检测器，激发波长为 280nm，发射波长 450nm。

7、色谱图或者加标回收率结果

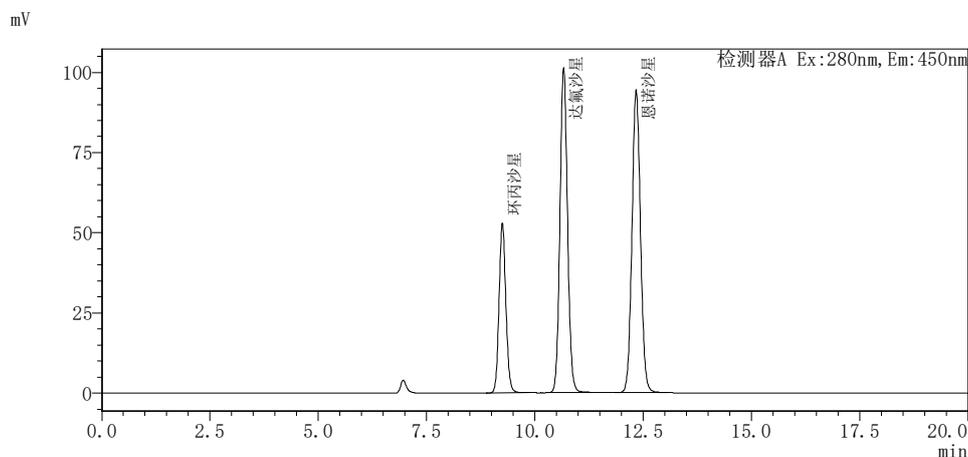


图 1.达氟沙星 5 μ g/L，恩诺沙星、环丙沙星 25 μ g/L 图谱



峰名称	保留时间	峰面积	峰高	相对峰面积	拖尾因子	塔板数
	min	mV*min	mV	%	(EP)	(EP)
环丙沙星	9.250	579881	52995	18.702	1.110	17012
达氟沙星	10.665	1232227	101353	39.742	1.079	18179
恩诺沙星	12.341	1288453	94428	41.555	1.058	19315

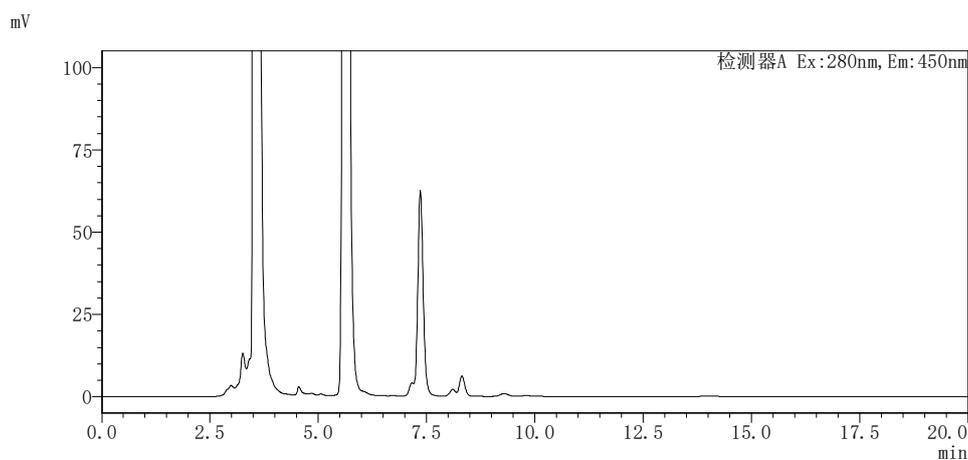


图 2.鸡肉样品空白图谱

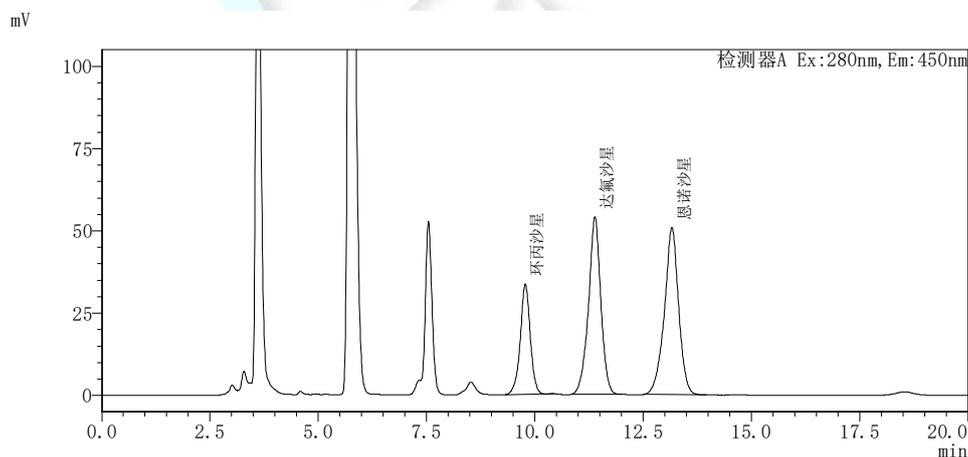


图 3.鸡肉样品达氟沙星加标 0.05mg/kg，恩诺沙星、环丙沙星加标 0.25mg/kg 图谱

表 1.加标回收率表



物质	加标水平	平均回收率	RSD 值 (n=2)
达氟沙星	0.05mg/kg	94.21%	2.65%
恩诺沙星	0.25mg/kg	85.27%	1.81%
环丙沙星	0.25mg/kg	87.88%	3.43%

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00522-20014	SPE 小柱	Welchrom® BRP,200mg/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
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, 5μm
00802-02201	针头式过滤器	进口 NY,13mm*0.22μm,100pk
	达氟沙星标准品	CAS:112398-18-0
	恩诺沙星标准品	CAS:93106-60-6
	环丙沙星标准品	CAS:85721-33-1

