

动物性食品中地美硝唑的测定(农业部 1025 号公告-2-2008)

1、适用范围

适用于动物性食品中地美硝唑的测定（本实验采用猪肉为样品）

参考标准：《农业部 1025 号公告-2-2008 动物性食品中甲硝唑、地美硝唑及其代谢物残留检测 液相色谱法-串联质谱法》

2、溶液的配制

- 1) 标准贮备液：准确称取地美硝唑标准品 10mg，用甲醇溶解并定容至 10mL，该浓度为 1mg/mL；
- 2) 标准工作液：准确移取 0.1mL 标准贮备液，用甲醇稀释并定容至 10mL，该浓度为 10 μ g/mL
- 3) 0.1mol/L 盐酸：移取 9mL 浓盐酸，加水稀释至 100mL。
- 4) 10%氨水：准确移取 5mL 氨水，用水稀释至 50mL。
- 5) 甲醇-10%氨水：80mL 甲醇，20mL 10%氨水，混匀。

3、提取步骤

- 1) 称取 2g 样品，加入 10mL 乙酸乙酯，涡旋，振荡后，离心 10min（8000r/min），移取上清液于鸡心瓶中；往残渣中再加入 20mL 乙酸乙酯，再重复提取两次，合并三次上清液；
- 2) 将提取液于 35 $^{\circ}$ C 水浴氮吹至干，加入 3mL 0.1mol/L 盐酸于鸡心瓶中，涡旋 10s，转移至 15mL 离心管中，再往鸡心瓶中加入 3mL 正己烷，全部转移至 15mL 离心管中，涡旋，萃取，离心 5min

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

(8000r/min)，弃去正己烷层；再加入 3mL 0.1mol/L 盐酸于鸡心瓶中，涡旋 10s，合并两次盐酸溶液，再往鸡心瓶中加入 3mL 正己烷，涡旋，萃取，离心 5min (8000r/min)，弃去正己烷层，待净化。

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom® P-SCX 规格：60mg/3mL。

活化：3 mL 甲醇、3mL 0.1mol/L 盐酸，弃去；

上样：待净化液全部上样，控制流速，不宜过快，弃去；

淋洗：分别用 2mL 0.1mol/L 盐酸，2mL 甲醇淋洗，弃去并抽干。

洗脱：用 6mL 甲醇-10%氨水洗脱，收集于 15mL 离心管中，抽干。

浓缩：氮吹前加入 20 μ L 甲酸，混匀后在 35 $^{\circ}$ C 水浴下氮气吹干，用初始流动相复溶（33%甲醇水），定容至 2mL，过 0.22 μ m 有机滤头，待检测。

5、注意事项

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

6、色谱条件

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

流动相：甲醇：水(33:67)

流速：0.8mL/min

柱温：30 $^{\circ}$ C

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

进样量: 20 μ L

检测波长: 320nm

7、色谱图或者加标回收率结果

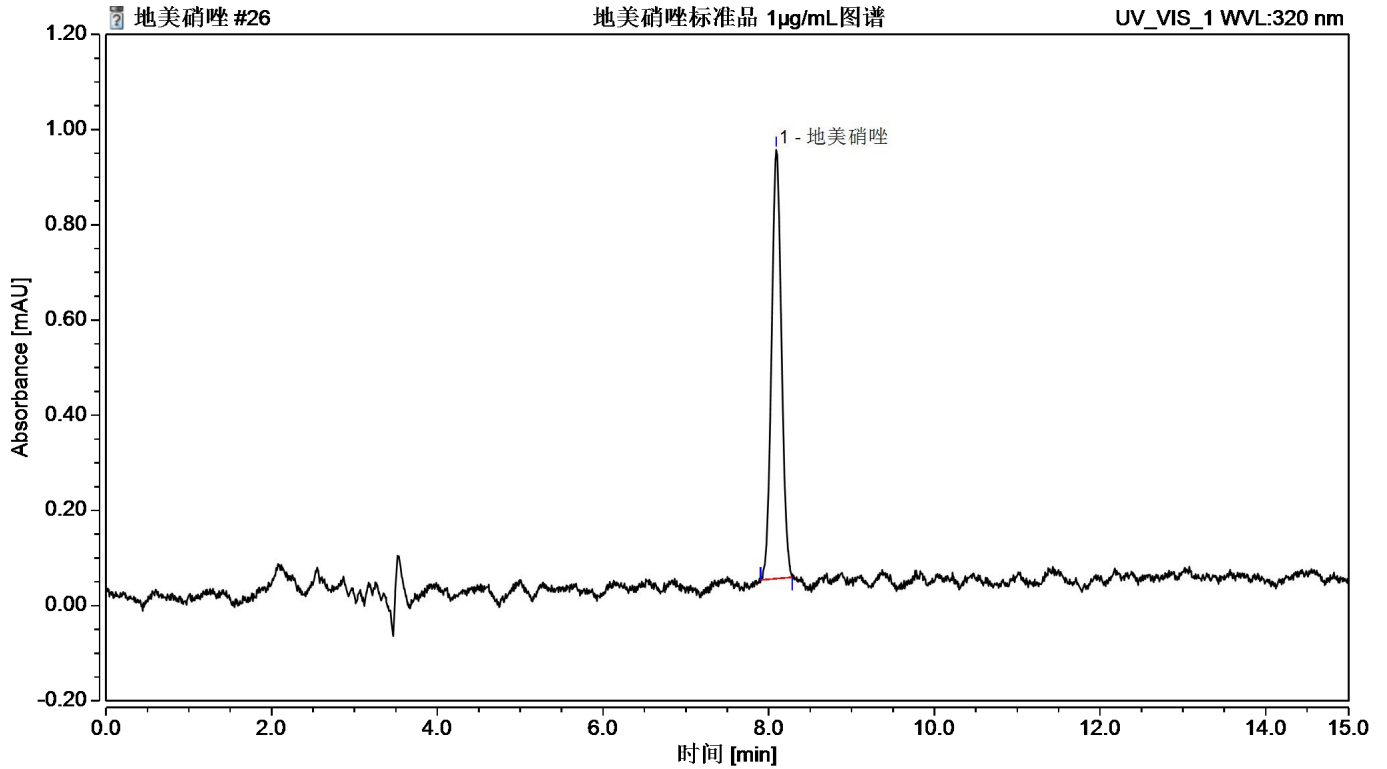


图 1 地美硝唑标准品 1 μ g/mL 图谱

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)
地美硝唑	8.090	0.125	0.91	100	1.14	1.07	n.a.	22166

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

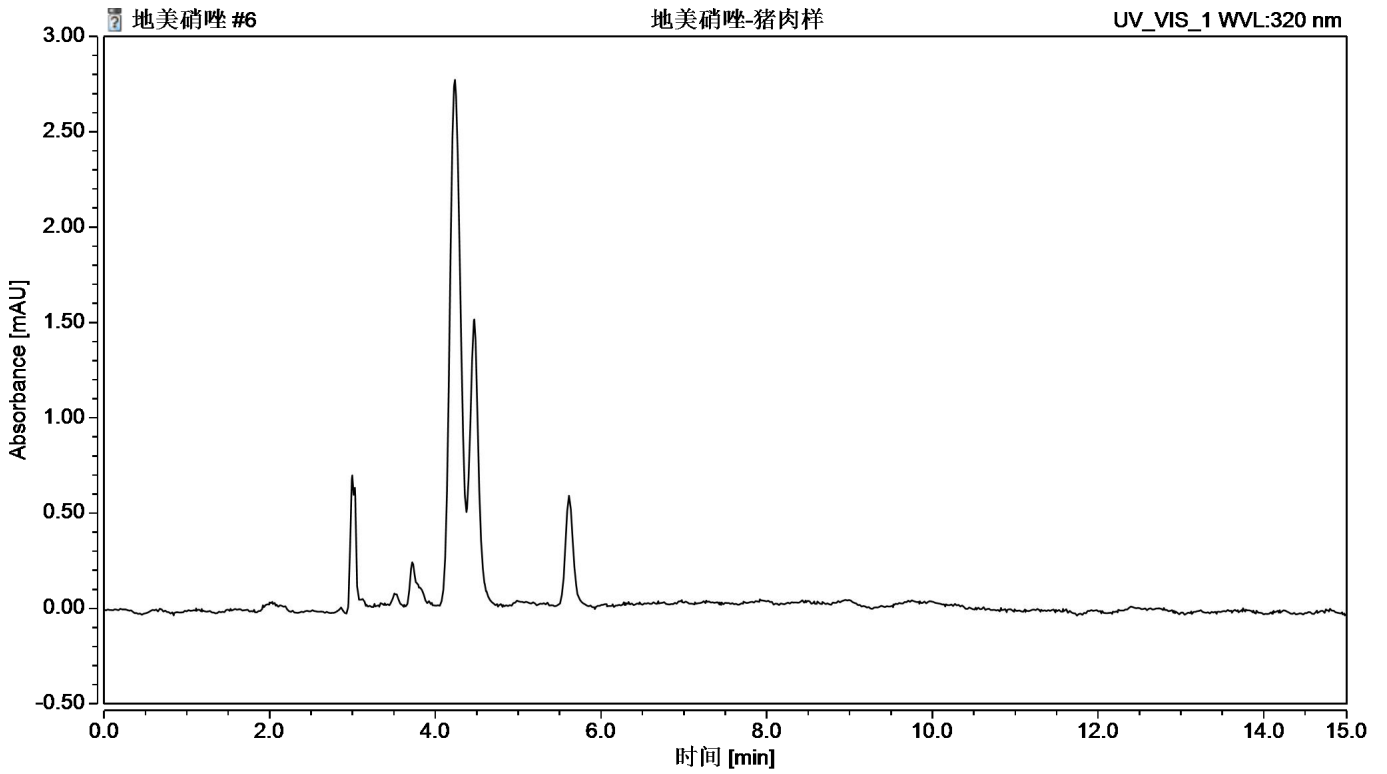


图 2 猪肉样过柱图谱

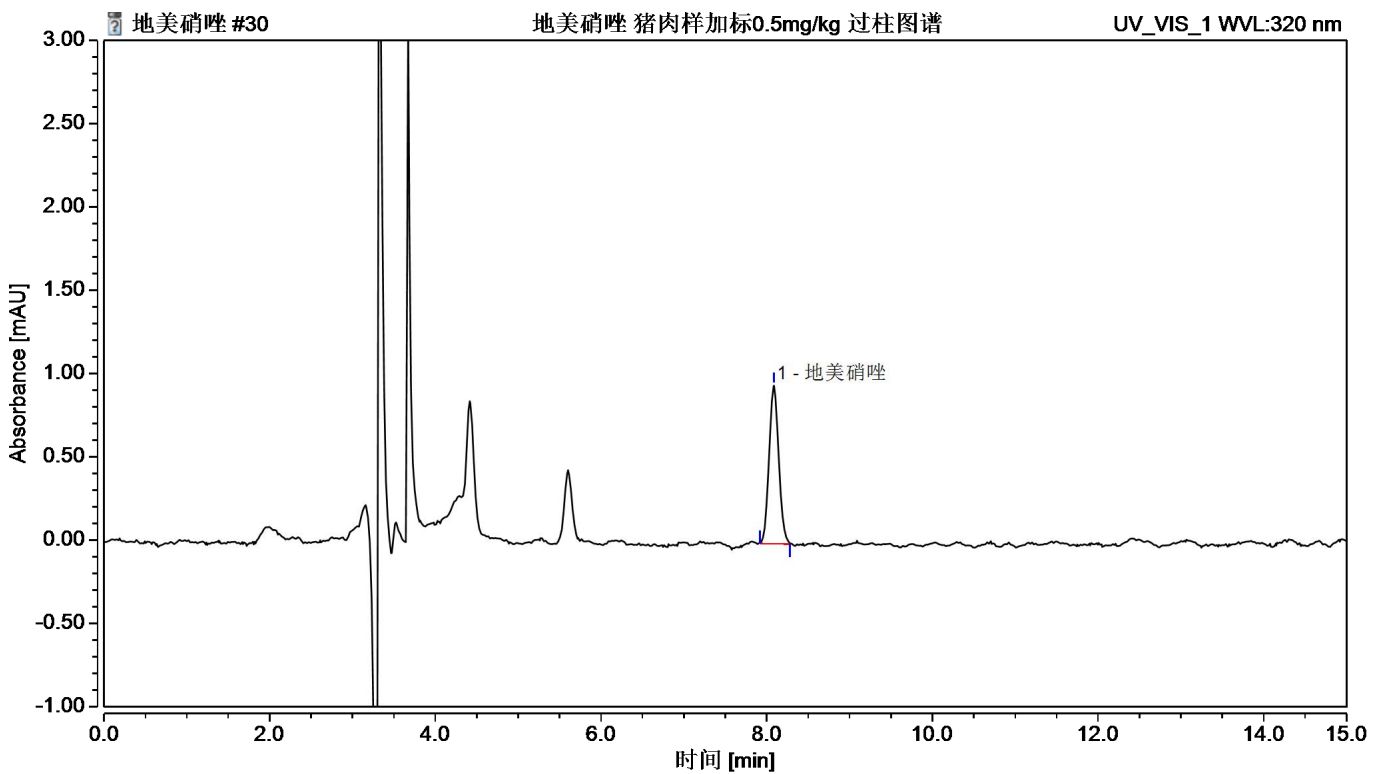


图 3 .猪肉样加标 0.5mg/kg 过柱图谱

表 2. 回收表

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

物质	加标水平 mg/kg	平均回收率	RSD 值
地美硝唑	0.5	82.78%	3.39%

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00523-20016	SPE 小柱	Welchrom®P-SCX , 60mg/3mL,50pk
00000-30016	50mL 螺口尖底离心管	50 支/包
00000-30013	15mL 螺口尖底离心管	100 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	液相色谱柱	Ultimate®XB- C18 , 4.6×250mm,5μm
00802-02201	针头式过滤器	进口 NY,13mm*0.22μm,100pk
00826-D328P025	地美硝唑	CAS 号: 551-92-8

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