

动物性食品中 10 种磺胺类药物多残留的测定 GB29694-2013

1、适用范围

本标准适用于猪和鸡的肌肉和肝脏组织中（本实验样品为鸡肝）的磺胺醋酰、磺胺吡啶、磺胺甲基嘧啶、磺胺甲氧哒嗪、磺胺间甲氧嘧啶、磺胺氯哒嗪、磺胺甲基异恶唑、磺胺异恶唑、苯甲酰磺胺、磺胺二甲基嘧啶单个或多个药物残留量的检测。

参考标准：《GB29694-2013 动物性食品中 13 种磺胺类药物多残留的测定》

2、溶液的配制

- 1、0.1%甲酸溶液：取甲酸 1 mL，用水溶解并稀释至 1 000 mL。
- 2、0.1%甲酸乙腈溶液：取 0.1%甲酸 830 mL，用乙腈溶解并稀释至 1 000 mL。
- 3、洗脱液：取氨水 5 mL，用甲醇溶解并稀释至 100 mL。
- 4、0.1 mol/L 盐酸溶液：取盐酸 0.83 mL，用水溶解并稀释至 100 mL。
- 5、50%甲醇乙腈溶液：取甲醇 50 mL，用乙腈溶解并稀释至 100 mL。
- 6、100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 磺胺类药物混合标准贮备液：精密称取磺胺类药物标准品各 5mg，于 10 mL 容量瓶中，用乙腈溶解并稀释至刻度，配制成浓度为 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的磺胺类药物混合标准贮备液。-20 $^{\circ}\text{C}$ 以下 保存，有效期 6 个月。
- 7、10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 磺胺类药物混合标准工作液：精密量取 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 磺胺类药物混合标准贮备液 1.0 mL，于 10 mL 容量瓶中，用乙腈稀释至刻度，配制成浓度为 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的磺胺类药物混合标准工作液。-20 $^{\circ}\text{C}$ 以下保存,有效期 6 个月。

3、提取步骤

称取试料 5 g \pm 0.05 g，于 50 mL 聚四氟乙烯离心管中，加乙酸乙酯 20 mL，涡动 2 min，4 000 r/min 离心 5 min，取上清液于 100 mL 鸡心瓶中，残渣中加乙酸乙酯 20 mL，重复提取一次，合并两次提取液。

鸡心瓶中加 0.1 mol/L 盐酸溶液 4 mL，于 40 $^{\circ}\text{C}$ 下旋转蒸发浓缩至少于 3 mL，转至 15mL 离心管中。用 0.1 mol/L 盐酸溶液 2 mL 洗鸡心瓶，转至同一离心管中。



再用正己烷 3 mL 洗鸡心瓶，将正己烷转至同一离心管中，涡旋混合 30 s，3000 r/min 离心 5 min，弃正己烷。再次用正己烷 3 mL 洗鸡心瓶，转全同一离心管中，涡旋混合 30s，3000 r/min 离心 5 min，弃正己烷，取下层净化液备用。

4、SPE 净化步骤净化

SPE 柱：月旭 Welchrom® P-SCX 规格：60mg/3mL。

活化：甲醇 2 mL，0.1 mol/L 盐酸溶液 2 mL，弃去；

上样：净化液全部上样，弃去；

淋洗：0.1 mol/L 盐酸溶液 1 mL，50%甲醇乙腈溶液 2 mL，弃去；

洗脱：4mL5%氨水甲醇，压干，接收。

洗脱液在 40℃ 下氮吹至干，准确加入 1mL0.1%甲酸乙腈溶液 1.0 mL，涡旋溶解，过 0.22μm 有机微孔滤膜，待测。

5、注意事项

加标水平：在 5.0g 样中加入 25μL10 μg/mL 磺胺类药物混合标准工作液，加标水平 0.05mg/kg，机读数为 0.25 μg/mL。

6、色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate®ODS-3(250 mm×4.5 mm,粒径 5μm)

流动相：0.1%甲酸+乙腈，梯度洗脱见表 1。

流速：1 mL/min。

柱温：30℃

检测波长：270 nm

进样体积：20μL

表 1 流动相梯度洗脱条件

时间 min	0.1%甲酸 %	乙腈 %
0.0	83	17
5.0	83	17



10.0	80	20
22.3	60	40
22.4	15	85
30.0	15	85
31.0	83	17
48.0	83	17

7、色谱图及加标回收率结果

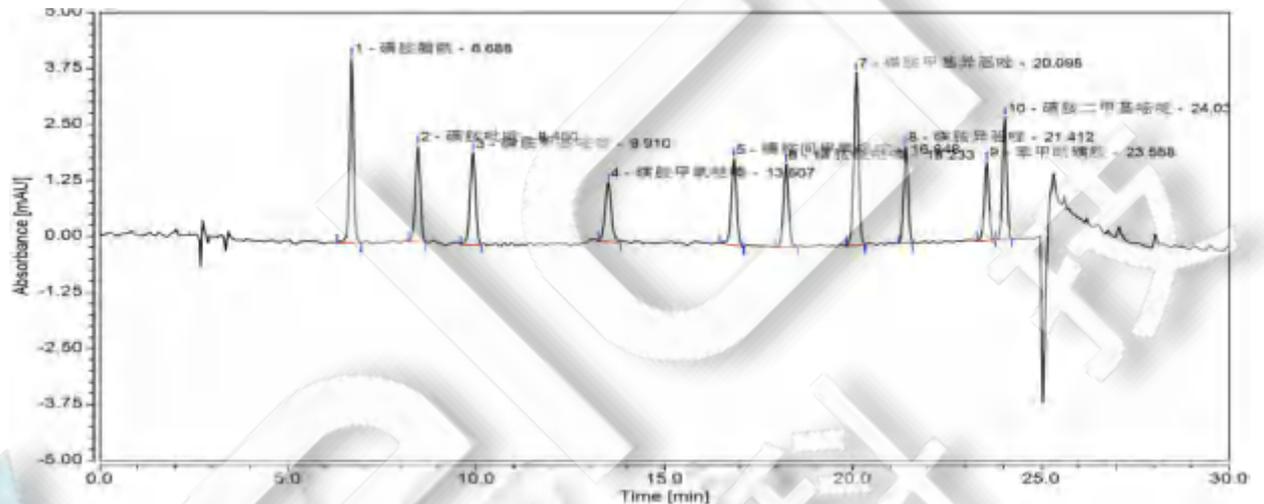


图 1.10 种磺胺类药物混合标品 0.25 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 对照图谱

表 1、出峰情况

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
磺胺醋酰	6.688	0.5071	4.15	14.41	0.96	8.4	21062
磺胺吡啶	8.45	0.3254	2.16	9.25	0.91	5.84	20511
磺胺甲氧嘧啶	9.91	0.3513	2.07	9.98	0.92	12.92	22270
磺胺甲氧哒嗪	13.507	0.2594	1.35	7.37	1.07	12.49	34104



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:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Tel:400-810-6969

邮编：201600

邮编：321000

E-mail:lingyuyu @welchmat.com

磺胺间甲氧嘧啶	16.848	0.3153	1.95	8.96	0.99	5.71	76337
磺胺氯哒嗪	18.233	0.2918	1.86	8.29	0.97	7.94	90740
磺胺甲基异恶唑	20.095	0.5643	3.87	16.03	0.94	5.94	124508
磺胺异恶唑	21.412	0.2945	2.17	8.37	0.99	9.83	156684
苯甲酰磺胺	23.558	0.2518	1.77	7.15	0.96	2.24	180896
磺胺二甲基嘧啶	24.037	0.3592	2.74	10.2	0.96	n. a.	217747

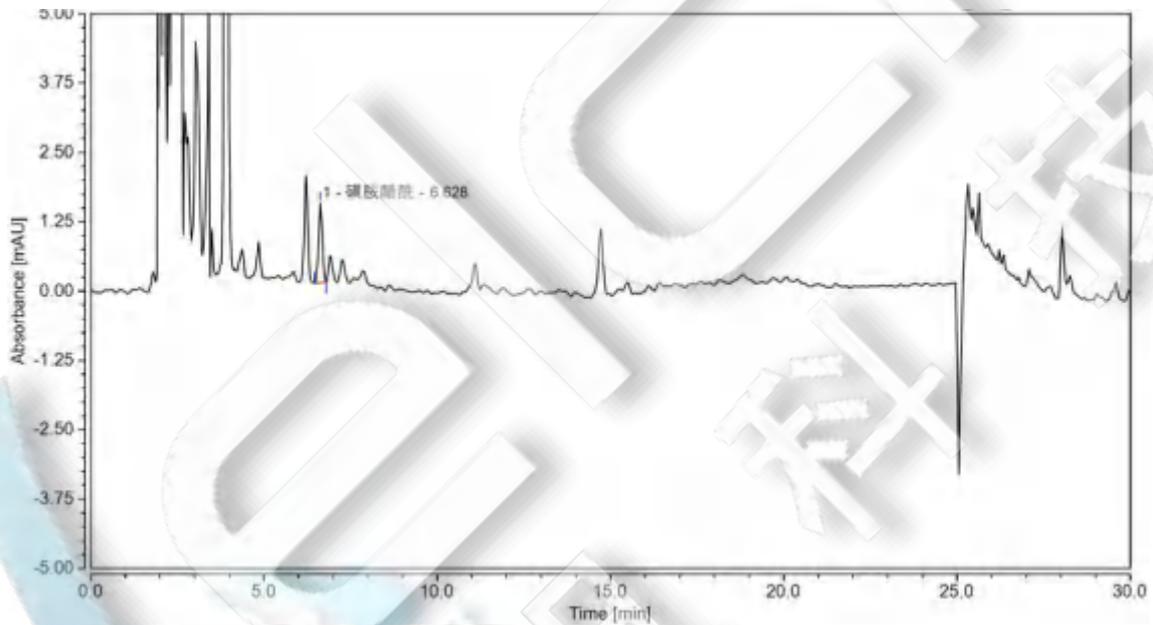


图 2. 鸡肝样品图谱



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: 上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼

Add: 浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Tel: 400-810-6969

邮编: 201600

邮编: 321000

E-mail: lingyuyu @welchmat.com

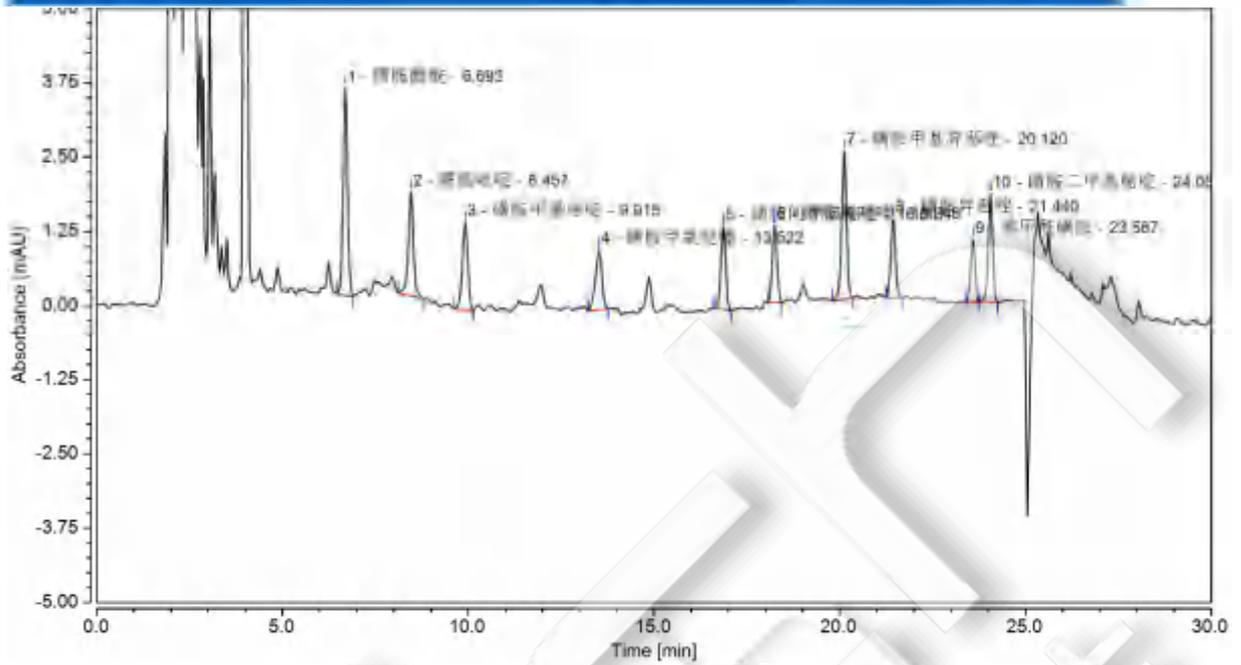


图 3.鸡肝样品样加标 0.05mg/kg 图谱

表 2.样加标 0.05mg/kg 回收率表

峰名称	平均回收率	Rsd (N=2)
磺胺醋酰	75.97%	1.94%
磺胺吡啶	98.86%	3.90%
磺胺甲基嘧啶	94.10%	3.17%
磺胺甲氧哒嗪	95.89%	0.82%
磺胺间甲氧嘧啶	97.65%	1.87%
磺胺氯哒嗪	96.10%	4.88%
磺胺甲基异恶唑	89.06%	2.66%
磺胺异恶唑	89.26%	2.17%
苯甲酰磺胺	88.40%	3.12%
磺胺二甲基嘧啶	96.16%	1.93%

8、相关产品信息



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:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Tel:400-810-6969

邮编：201600

邮编：321000

E-mail:lingyuyu @welchmat.com

货号	名称	规格
00523-20016	SPE 小柱	Welchrom® P-SCX,60mg/3mL,50pk
00837-05006	离心管	Welchrom® 一次性离心管, 平盖, 锥形底,RCF12000xg,袋装,未灭菌, 50mL, 50/包
00837-05003	离心管	Welchrom® 一次性离心管, 平盖, 锥形底,RCF12000xg,袋装,灭菌, 15mL, 25/包
00824-31001	固相萃取装置	Welch 固相萃取装置, 12 位方缸
00821-32291	盖子+垫片	Welchrom® 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	Welchrom® 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
00275-31043	液相色谱柱	Ultimate®ODS-3,250 mm×4.5 mm,5µm
00826-S152P250	磺胺醋酰标准品	A2S, CAS No.:144-80-9,250mg
00826-S089P250	磺胺吡啶标准品	A2S, CAS No.:144-83-2,250mg
00826-S028P250	磺胺甲基嘧啶标准品	A2S, CAS No.:127-79-7,250mg
00826-S129P250	磺胺甲氧哒嗪标准品	A2S, CAS No.:80-35-3,250mg
00826-S115P050	磺胺间甲氧嘧啶标准品	A2S, CAS No.:1220-83-3,50mg
00826-S029P100	磺胺氯哒嗪标准品	A2S, CAS No.:80-32-0,100mg
00826-S016P250	磺胺甲恶唑(磺胺甲基异恶唑)标准品	A2S, CAS No.:723-46-6,250mg
00826-S085P01G	磺胺二甲异恶唑/磺胺异恶唑标准品	A2S, CAS No.:127-69-5,1000mg
00826-S151P250	苯甲酰磺胺/苯酰磺胺标准品	A2S, CAS No.:127-71-9,250mg
00826-S020P250	磺胺二甲嘧啶标准品	A2S, CAS No.:57-68-1,250mg



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:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾(中山)科技园·紫荆园 10 号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Tel:400-810-6969

邮编: 201600

邮编: 321000

E-mail:lingyuyu @welchmat.com