

中华人民共和国水产行业标准

SC/T 3019—2004

水产品中喹乙醇残留量的测定 液相色谱法

**Determination of olaquinox residues in fishery products
High-performance of liquid chromatography**

2004-01-07 发布

2004-03-01 实施

中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国农业部提出。

本标准起草单位：中国水产科学研究院东海水产研究所、国家水产品质量监督检验中心。

本标准主要起草人：杨宪时、李兆新、王联珠。

水产品中喹乙醇残留量的测定 液相色谱法

1 范围

本标准规定了水产品中喹乙醇残留量的测定方法,给出了最低检出浓度。
本标准适用于水产品可食部分中喹乙醇残留量的测定。

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

水产品中的喹乙醇用乙腈提取,用无水硫酸钠脱水,正己烷脱脂。将乙腈层蒸干,用甲醇溶解残渣,用液相色谱紫外检测器检测,外标法定量。

4 试剂与材料

- 4.1 乙腈:色谱级。
- 4.2 正己烷:色谱级,用乙腈饱和。
- 4.3 甲醇:色谱级。
- 4.4 无水硫酸钠:分析纯,650℃干燥4 h,冷却后贮存于密封容器中备用。
- 4.5 喹乙醇标准品:纯度大于99%。
- 4.6 喹乙醇标准溶液:精确称取喹乙醇标准品10.0 mg,用少量水溶解,用甲醇稀释至100 mL。取此液10 mL,再用甲醇稀释至100 mL。此标准液需置于棕色容量瓶内避光冷藏保存。保存期为1个月。
- 4.7 喹乙醇标准使用液:分别取喹乙醇标准溶液1.0 mL、2.0 mL、5.0 mL、10.0 mL,再用15%甲醇水溶液稀释至100 mL,配成浓度分别为0.1 μg/mL、0.2 μg/mL、0.5 μg/mL、1.0 μg/mL的标准使用液,此溶液现用现配。
- 4.8 实验用水:应符合GB/T 6682 一级水指标。
- 4.9 助滤剂: Celite545,使用前用甲醇洗净烘干。

5 仪器和设备

- 5.1 玻璃砂芯漏斗。
- 5.2 高速匀质器。
- 5.3 旋转蒸发器。
- 5.4 离心机。
- 5.5 高效液相色谱,配有紫外检测器。

6 色谱条件

- 6.1 色谱柱: ODS-C₁₈, 5 μm, 4.6 mm × 250 mm。

6.2 流动相:15%的甲醇水溶液(V/V),1.0 mL/min。

6.3 色谱柱温度:35℃。

6.4 检测器波长:380 nm。

6.5 进样量:20 μL。

7 测定步骤

喹乙醇遇光易分解,因此在测定过程中要避免光线的直射。

7.1 工作曲线

在上述工作条件下,分别取标准使用溶液各 20 μL 进样,以峰面积为纵坐标,以标准样品中喹乙醇含量为横坐标,绘制工作曲线。喹乙醇保留时间约为 7.3 min(参见附录 A)。

7.2 样品测定

7.2.1 样品处理

鱼去鳞沿背脊取肌肉;虾去头、壳,取肌肉部分;蟹、中华鳖等取可食部分;样品切为不大于 0.5 cm × 0.5 cm × 0.5 cm 的小块后混匀。

7.2.2 提取

称取试样 10 g(精确到 0.01 g)于 100 mL 均质杯中,加入助滤剂 1 g,乙腈 30 mL,均质 1 min,以 4 000 r/min 离心 10 min,将上清液倒入 150 mL 锥形瓶中,再向残留物中加入 20 mL 乙腈,同上均质,离心,合并上清液。

7.2.3 净化

向乙腈提取液中加入正己烷 10 mL,振荡 5 min,静置分层。弃去正己烷相,再加入正己烷 10 mL,振荡 5 min,静置分层,将乙腈层转移到茄形瓶中,在 45℃ 水浴中旋转蒸发除去溶剂。用 1 mL 15% 甲醇水溶液溶解残留物,经 0.45 μm 微孔滤膜过滤后,供液相色谱测定。

7.2.4 色谱测定

取试样滤液 20 μL 进样,记录峰面积,从工作曲线查得样品提取液中喹乙醇的含量。

7.2.5 计算

样品中喹乙醇含量按式(1)计算。

$$X = C \times V / m \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X——试样中喹乙醇含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

C——试样溶液中喹乙醇含量,单位为微克每毫升(μg/mL);

m——试样质量,单位为克(g);

V——试样溶液体积,单位为毫升(mL)。

8 方法回收率

本方法的回收率≥70%。

9 方法批间变异系数

本方法批间变异系数≤15%。

10 方法检测限

本方法检测限为 0.05 mg/kg。

附录 A
(资料性附录)
噻乙醇标准色谱图

