

ICS 67.120
X 04
备案号:14168—2004

SB

中华人民共和国国内贸易行业标准

SB/T 10387—2004

畜禽肉和水产品中呋喃唑酮的测定

Determination of furazolidone in meat of livestock,
poultry and aquatic products

2004-08-04 发布

2004-09-01 实施

中华人民共和国商务部 发布

前 言

本标准由中华人民共和国商务部提出。

本标准由商务部屠宰技术鉴定中心负责起草,中国疾病预防控制中心营养与食品安全所、河北省疾病预防控制中心参加起草。

本标准主要起草人:周琛、金社胜、杨祖英、宋书锋、韩会新、张新玲、刘虎成、王贵际。

本标准委托商务部屠宰技术鉴定中心负责解释。

畜禽肉和水产品中呋喃唑酮的测定

1 范围

本标准规定了畜禽肉和水产品中呋喃唑酮的测定方法。

本标准适用于畜禽肉和水产品中呋喃唑酮的检验。

2 原理

样品中呋喃唑酮用二氯甲烷提取,经无水硫酸钠柱净化,用正己烷去脂肪后,0.45 μm 微孔滤膜过滤,滤液进行 HPLC 分析。

3 试剂与试液

以下所用试剂,除特殊说明外,均为分析纯试剂,水为重蒸水。

3.1 乙腈:优级纯,作流动相用。

3.2 乙腈:色谱纯。

3.3 乙腈水溶液:乙腈+水(80+20,V/V)。

3.4 正己烷。

3.5 甲醇:色谱纯。

3.6 无水硫酸钠:经 650 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 4 h 后,,贮于密闭容器中备用。

3.7 无水硫酸钠柱:6 cm \times 1.8 cm,内装 5 cm 高的无水硫酸钠(如果无合适的玻璃柱,可以用 10 mL 注射器代替)。

3.8 二氯甲烷。

3.9 磷酸。

3.10 呋喃唑酮标准品:纯度 99.7%。

3.11 呋喃唑酮标准储备液:称取 10.0 mg 呋喃唑酮,用乙腈水溶液(3.3)溶解并稀释定容至 50 mL 棕色容量瓶中,保存于冰箱中。该液 1.0 mL 相当于 200 μg 呋喃唑酮。

3.12 呋喃唑酮标准工作液系列:精确吸取呋喃唑酮标准储备液 2.0 mL 于 50 mL 棕色容量瓶中,加水至刻度,摇匀,即得 8.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的溶液,然后精确吸取此液 0.05,0.10,0.20,0.50,1.0,2.0 mL,分别放在 10.0 mL 棕色容量瓶内,分别加水至刻度,摇匀,即得每毫升含 0.04,0.08,0.16,0.40,0.80,1.60 μg 的标准系列溶液。

4 仪器和设备

4.1 高效液相色谱仪:附紫外检测器。

4.2 超声波清洗器。

4.3 旋涡混匀器。

4.4 离心机。

4.5 旋转蒸发仪。

4.6 微量进样器:25 μL 。

5 测定步骤

5.1 提取与净化

取 200 g 试样绞碎,称取混匀的绞碎的试样 10 g(精确至 0.01 g),于 100 mL 具塞锥形瓶中,加

25 mL 二氯甲烷,超声提取 5 min,提取液通过无水硫酸钠柱滤入 100 mL 蒸发瓶中,继用 25 mL 二氯甲烷重复提取一次,均通过无水硫酸钠柱滤入同一蒸发瓶中,用二氯甲烷 15 mL 淋洗无水硫酸钠柱。淋洗液合并于同一蒸发瓶,滤液于旋转蒸发器上蒸发至干(水浴温度为 30℃~35℃)。

然后准确加入 1.0 mL 乙腈水溶液和 1.0 mL 正己烷于旋涡混合器上混匀 2 min,转入 5 mL 离心管中,3 000 r/min 离心 2 min 后(鳗鱼需离心 10 min),用吸管移去上层正己烷层,再向离心管中加入 1 mL 正己烷,混匀 2 min,离心,用吸管移去上层正己烷层,下层清液通过 0.45 μm 微孔滤膜过滤,滤液供 HPLC 分析用。

5.2 色谱测定

5.2.1 液相色谱参考条件

- a) 色谱柱:Hypersil ODS2 C₁₈,250 mm × 4.6 mm,粒径 5 μm;
- b) 流动相:乙腈+水(40+60),每 1 000 mL 加 1.0 mL 磷酸;
- c) 流速:1.0 mL/min;
- d) 检测波长:365 nm;
- e) 柱温:室温。

5.2.2 呋喃唑酮标准曲线的制备

依照上述色谱条件,分别进标准工作液各个点。每个标准液进 20 μL,测定其峰面积,然后以标准液浓度对峰面积作校准曲线,求出回归方程及相关系数。

5.2.3 样品测定

在上述色谱条件下,准确吸取 20 μL 试样溶液,进行 HPLC 分析。

6 结果

6.1 计算

将标准曲线各点的浓度与对应的峰面积进行回归分析,然后按式(1)计算供试样品中呋喃唑酮的含量。

$$X = \frac{c \times V \times 1\,000}{m \times 1\,000} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- X——样品中含有呋喃唑酮的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- c——被测液中相当于标准曲线的呋喃唑酮,单位为微克每毫升(μg/mL);
- V——被测液的体积,单位为毫升(mL);
- m——样品质量,单位为克(g)。

6.2 检出限

本方法的检测限为 0.01 μg/mL,当取样量为 10 g 时,最低检测量为 1.0 μg/kg。

7 允许差

同一分析者同时或相继两次测定结果之差不得超过均值的 15%。