

月旭科技动物性食品中氟喹诺酮类药物残留检测测定

1、适用范围

适用于猪的肌肉，脂肪，肝脏和肾脏中恩诺沙星，环丙沙星的药物残留检测。

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

标准贮备液：称取恩诺沙星，环丙沙星对照品各 10mg，用 0.03mol/L 氢氧化钠溶液溶解并定容到 10mL,浓度为 1mg/mL。

标准工作液：各移取 0.01μl 1mg/mL 恩诺沙星和环丙沙星标准贮备液，用乙腈定容到 10mL,浓度为 1μg/mL。

5.0mol/L 氢氧化钠溶液：取氢氧化钠饱和液 28mL，加水稀释至 100mL。

0.03mol/L 氢氧化钠溶液：取 5.0mol/L 氢氧化钠溶液 0.6mL,加水稀释至 100mL。

磷酸盐缓冲溶液(用于肌肉,脂肪组织):取磷酸二氢钾 6.8g,加水使溶解并稀释至 500mL,用 5.0mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 至 7.0。

0.05mol/L 磷酸 /三乙胺溶液：取浓磷酸 3.4mL，用水稀释至 1000mL，用三乙胺调 pH 到 2.4。

3、提取步骤

肌肉：称取 2g (±0.05g) 试样，加入 10mL 磷酸盐缓冲溶液，放入一颗均质子，振荡 1min，离心 5min (8000r/min)，移取上清液；重复提取一次，往残渣中加入 10mL 磷酸盐缓冲溶液，振荡 1min，离心 5min (8000r/min)，移取上清液并合并，混匀，带净化。

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：321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

脂肪组织：称取 2g (± 0.05 g) 试样，加入 10mL 磷酸盐缓冲溶液，放入一颗均质子，振荡 1min，离心 5min (8000r/min)，移取上清液；重复提取一次，往残渣中加入 10mL 磷酸盐缓冲溶液，振荡 1min，离心 5min (8000r/min)，移取上清液并合并，混匀，带净化。

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom®BRP 规格：60mg/3mL。

活化：3mL 甲醇，3mL 水，弃去

上样：移取 5mL 带净化液，弃去

淋洗：2mL 水，弃去并抽干小柱

洗脱：2mL 甲醇，收集于 15mL 离心管中，抽干

洗脱液过 0.45 μ m 滤膜，上 HPLC 检测。

5、注意事项

- 1) 上样速度不能过快，控制好流速；
- 2) 样品需均质完全，否则提取不完全，导致不能完全吸附在小柱上
- 3) 加标水平：2g 样中加入 0.08mL 1 μ g/ml 混标，最终定容到 2mL，因此加标水平分别为 20 μ g/kg，最终机读数为 0.01 μ g/mL。

6、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 / 三乙胺溶液:乙腈=82: 18

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：321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

流速：0.8mL/min

柱温：室温

进样量：20μL

检测波长：激发波长 280nm；发射波长 450nm

7、色谱图或者加标回收率结果

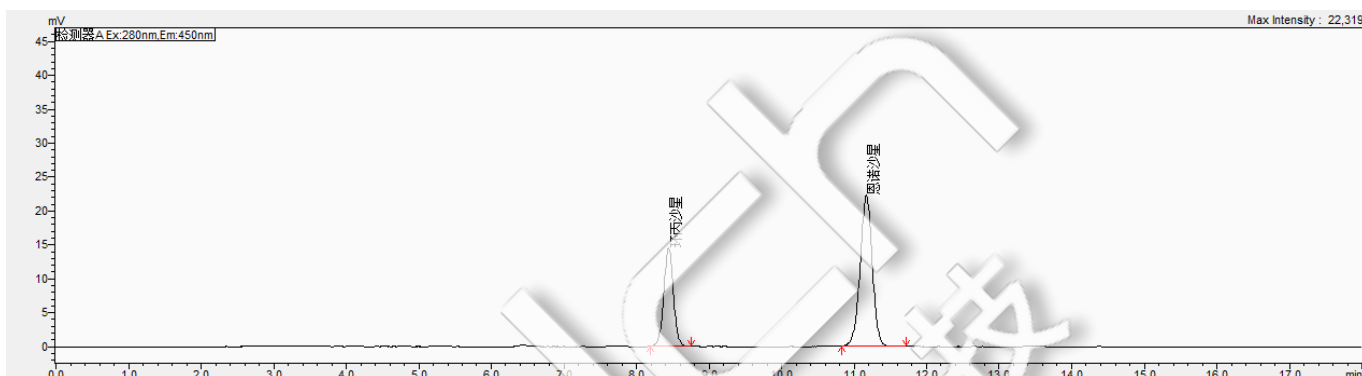


图 1. 恩诺沙星,环丙沙星标准品 0.01mg/L 图谱

序号	峰名称	保留时间	峰面积	峰高	相对峰面积	拖尾因子	分离度	理论塔板数高度 (USP)
1	环丙沙星	8.444	134128	14532	33.901	1.002	-	8.22
2	恩诺沙星	11.170	261518	22250	66.099	0.967	9.667	7.39

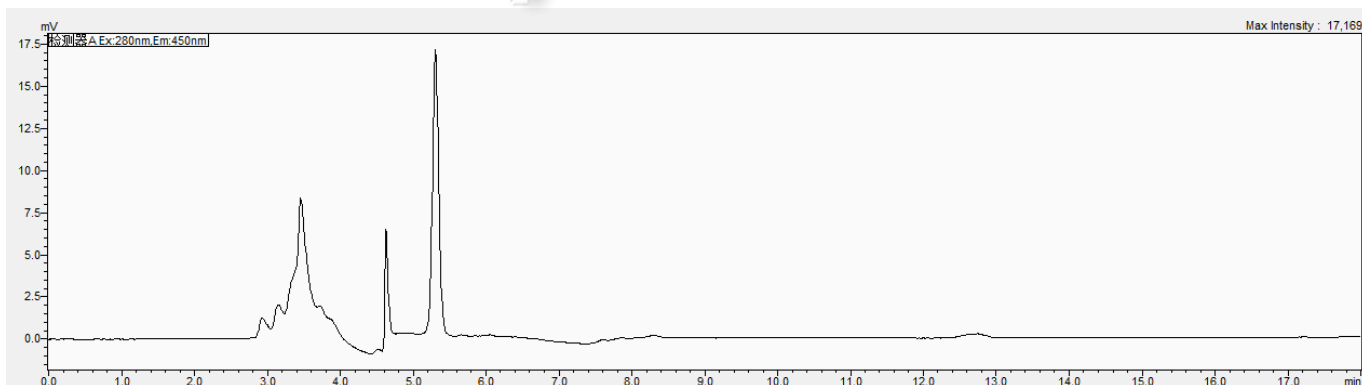


图 2 肌肉样品图谱

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:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编:321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

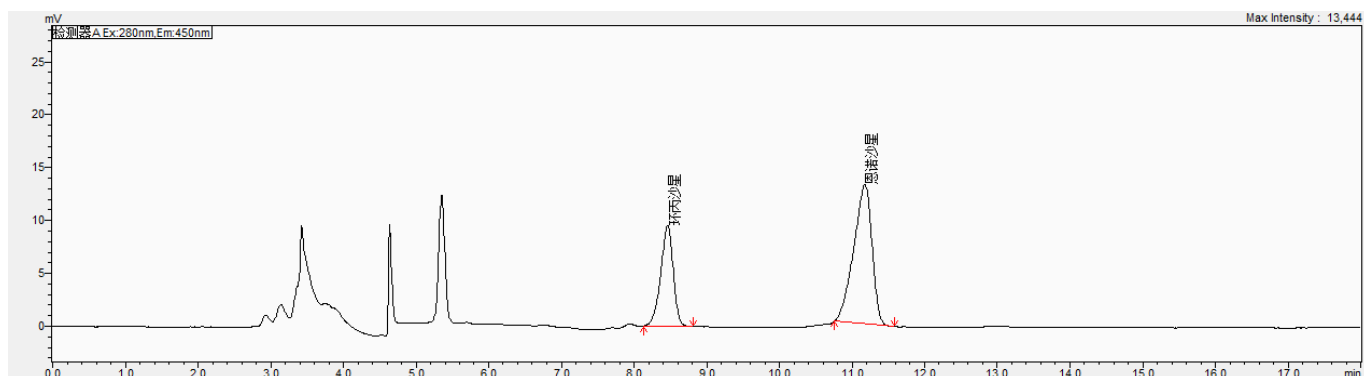


图 3 肌肉样品加标 20µg/kg 图谱

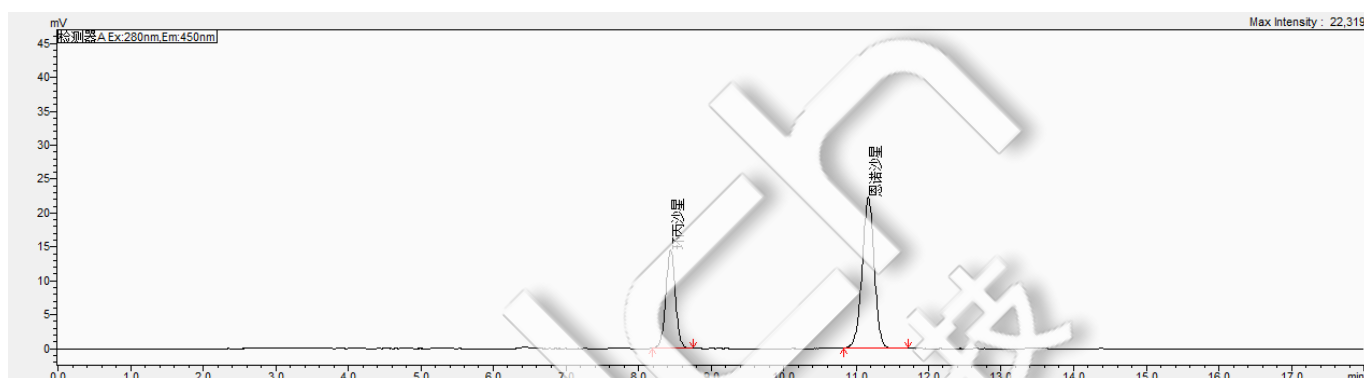


图 4. 恩诺沙星,环丙沙星标准品 0.01mg/L 图谱

序号	峰名称	保留时间	峰面积	峰高	相对峰面积	拖尾因子	分离度	理论塔板数高度 (USP)
1	环丙沙星	8.444	134128	14532	33.901	1.002	-	8.22
2	恩诺沙星	11.170	261518	22250	66.099	0.967	9.667	7.39

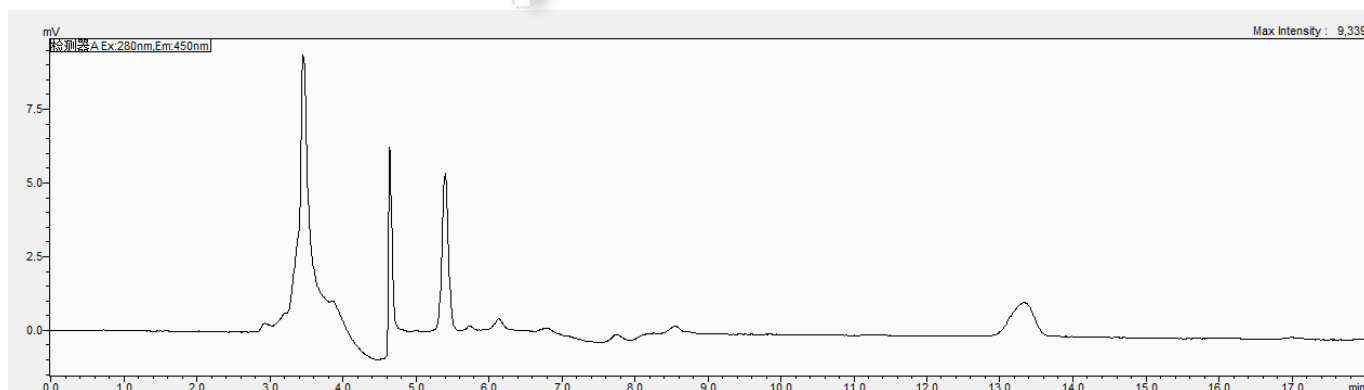


图 5 脂肪组织样品图谱

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:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

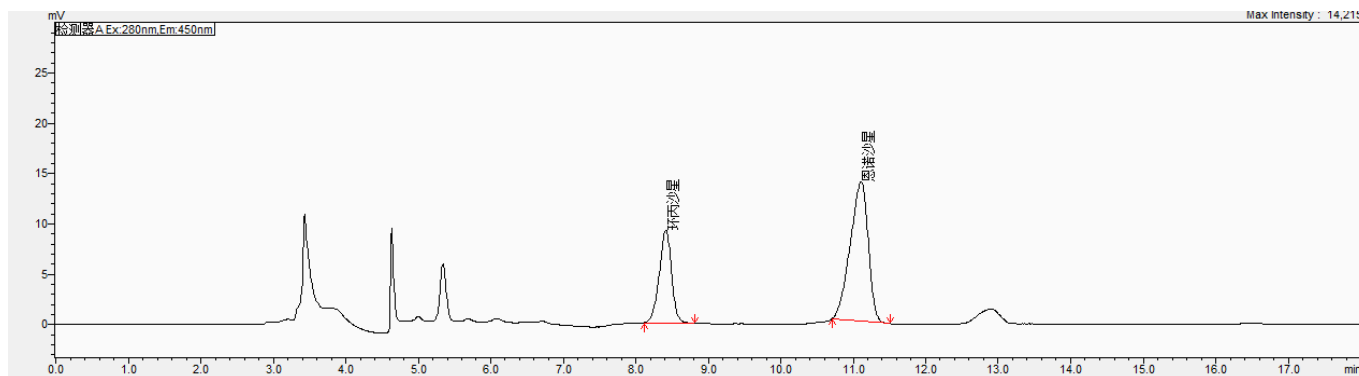


图 6 脂肪组织样品加标 20 μ g/kg 图谱

表 1：肌肉加标回收率

名称	加标水平 μ g/kg	平均回收率%	RSD% N=3
环丙沙星	20 μ g/kg	79%	6.69%
恩诺沙星		86%	4.75%

表 2：脂肪组织加标回收率

名称	加标水平 μ g/kg	平均回收率%	RSD% N=3
环丙沙星	20 μ g/kg	83%	4.50%
恩诺沙星		91%	0.88%

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:321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com