



中华人民共和国水产行业标准

SC/T 3022—2004

水产品中呋喃唑酮残留量的测定 液相色谱法

Determination of furazolidone 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：农业部水产品质量监督检验测试中心（上海）、上海水产大学。

本标准主要起草人：房文红、于慧娟、裘唐根、杨先乐、黄冬梅、蔡友琼、胡鲲、张萍。

水产品中呋喃唑酮残留量的测定 液相色谱法

1 范围

本标准规定了水产品中呋喃唑酮残留量的测定方法——高效液相色谱法。

本标准适用于水产品可食部分中呋喃唑酮残留量的测定。

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

样品中呋喃唑酮用二氯甲烷提取，蒸发浓缩提取液，无水硫酸钠去除水分，用正己烷液—液萃取除去脂肪及其他杂质，离心，取下层清液经膜过滤器后用高效液相色谱仪分离，紫外检测器检测，外标法定量。

4 试剂和材料

4.1 乙腈：色谱纯。

4.2 二氯甲烷：色谱纯。

4.3 正己烷：分析纯，用乙腈饱和。

4.4 85%磷酸：分析纯。

4.5 乙腈水溶液：乙腈+水（体积分数为80+20）。

4.6 无水硫酸钠：分析纯，经640℃灼烧4.0 h后，贮于密闭容器中备用。

4.7 无水硫酸钠柱：200 mm×24 mm（id），内装50 mm~100 mm高的无水硫酸钠。

4.8 呋喃唑酮标准品：纯度≥99.5%。

4.9 呋喃唑酮标准贮备液：称取10.0 mg呋喃唑酮，用乙腈水溶液溶解并稀释定容至50 mL棕色容量瓶中，在冰箱中冷藏保存，保存期1个月。该液1 mL相当于200 μg呋喃唑酮。

4.10 试验用水：符合GB/T 6682 一级水标准。

5 仪器和设备

5.1 高效液相色谱仪，配有紫外检测器。

5.2 高速组织捣碎机。

5.3 旋转蒸发器。

5.4 离心机。

5.5 振荡器。

5.6 蒸发烧瓶，具塞。

5.7 刻度离心管。

5.8 膜孔滤器：0.45 μm 。

6 色谱条件

6.1 色谱柱： C_{18} 柱，250 mm $\times$ 4.6 mm (id)，粒度 5 μm 。

6.2 流动相：乙腈 + 水 + 磷酸（体积分数为 40 + 60 + 0.1）。

6.3 流速：0.8 mL/min。

6.4 检测波长：365 nm。

6.5 柱温：室温。

6.6 进样量：20 μL 。

7 样品测定

7.1 试样制备

取鱼、虾、蟹、鳖等水产品可食部分，切成不大于 5 mm $\times$ 5 mm $\times$ 5 mm 的小块后混匀，经高速组织捣碎机捣碎即可，充分混匀。

7.2 提取

称取捣碎样品约 10 g（精确至 0.01 g），加 25 mL 二氯甲烷搅拌分散后浸泡 15 min，在振荡器上振荡 5 min，提取液经无水硫酸钠柱滤入蒸发烧瓶中，残渣分别用 25 mL 和 15 mL 二氯甲烷按上述方法各重复提取一次，再用 15 mL 二氯甲烷冲洗无水硫酸钠柱，并用洗耳球吹出柱中液体，滤液均滤入同一蒸发烧瓶中，滤液于旋转蒸发仪上在 45℃ 左右水浴下减压蒸发去除溶剂，蒸发速度控制在每秒一滴。

7.3 净化

用 1.0 mL 流动相和 1.0 mL 正己烷溶解残渣并充分洗涤蒸发烧瓶，将液体移入离心管中，在 4 000 r/min 离心 5 min，用尖嘴吸管移去上层正己烷层，再向离心管中加入 1.0 mL 正己烷，混匀 2 min，离心，用尖嘴吸管移去上层正己烷层，下层清液经 0.45 μm 膜孔滤器过滤后进 HPLC 分析。

7.4 测定

7.4.1 呋喃唑酮标准工作液配制

临用前，取呋喃唑酮标准贮备液，用流动相稀释成浓度为 0.01 $\mu\text{g/mL}$ ~1.00 $\mu\text{g/mL}$ 的标准工作液。

7.4.2 液相色谱测定

根据样品液中呋喃唑酮残留量情况，选定峰高相近的标准工作溶液。标准工作溶液和样品液中呋喃唑酮响应值均应在仪器检测线性范围内。对标准工作溶液和样品液等体积参插进样进行测定。在上述色谱条件下，呋喃唑酮保留时间约为 5.8 min。

7.5 空白试验

除不加试样外，按 7.2~7.4 步骤进行。

8 结果计算与表述

根据标准工作液和样品液的峰高，按公式（1）计算样品中呋喃唑酮残留量。

$$C = C_s \times \frac{(h - h_0) \times V \times 1\,000}{h_s \times m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

C ——样品中呋喃唑酮残留量，单位为微克每千克（ $\mu\text{g/kg}$ ）；

h ——样品液中呋喃唑酮的峰高；

h_s ——标准工作溶液中呋喃唑酮的峰高；

h_0 ——空白试验的峰高；

C_s ——标准工作溶液中呋喃唑酮的浓度，单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$)；

V ——样品液最终定容体积，单位为毫升 (mL)；

m ——样品的称取量，单位为克 (g)。

9 线性范围、检测限、回收率

9.1 线性范围

本方法的呋喃唑酮标准工作液线性范围为 $0.01 \mu\text{g/mL} \sim 1.00 \mu\text{g/mL}$ 。

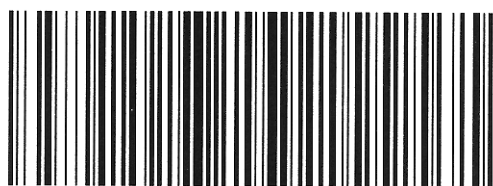
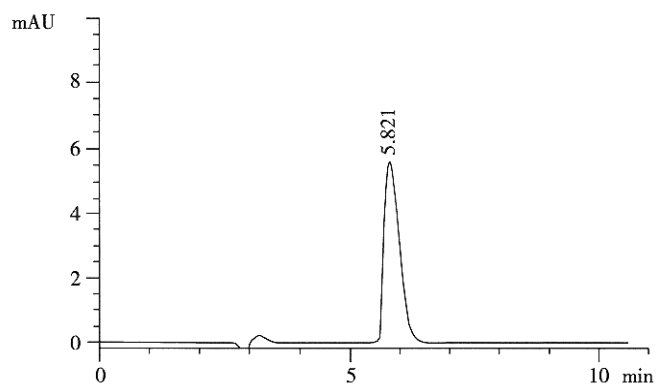
9.2 检测限

本方法的检测限为 $1 \mu\text{g/kg}$ 。

9.3 回收率

本方法回收率为 $72.8\% \sim 96.2\%$ 。

附录 A
(资料性附录)
呋喃唑酮高效液相色谱图



SC/T 3022-2004

书号：16109 · 304

定价：6.00 元

* * *

版权专有 侵权必究

举报电话：(010) 65005894