



中华人民共和国国内贸易行业标准

SB/T 10388—2004

畜禽肉中磺胺二甲嘧啶、 磺胺甲噁唑的测定

Determination of sulfamethazine and sulfamethoxazole
in meat of livestock and poultry

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:杨祖英、金社胜、刘震、宋书锋、韩会新、张新玲、刘文娟、王贵际。

本标准委托商务部屠宰技术鉴定中心负责解释。

畜禽肉中磺胺二甲嘧啶、 磺胺甲噁唑的测定

1 范围

本标准规定了用高效液相色谱法测定畜禽肉中磺胺二甲嘧啶、磺胺甲噁唑的残留量。

本标准适用于畜禽肉中磺胺二甲嘧啶、磺胺甲噁唑的测定。

2 原理

样品中磺胺二甲嘧啶、磺胺甲噁唑经乙腈+三氯甲烷(10V+1V)提取后,又经过液-液分配转入水层进行净化后,用紫外检测器的高效液相色谱仪检测,外标法定量。

3 试剂和材料

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 甲醇(优级纯)。
- 3.3 正己烷。
- 3.4 三氯甲烷。
- 3.5 乙腈+三氯甲烷(10V+1V)。
- 3.6 乙腈+三氯甲烷(2V+1V)。
- 3.7 硫酸钠。
- 3.8 硫酸钠溶液;2%水溶液(质量浓度)。
- 3.9 0.01 mol/L 磷酸盐缓冲液;3.58 g 磷酸氢二钠+1.56 g 磷酸二氢钠,用水溶解并定容至1 000 mL 摇匀后,通过0.45 μm 微孔滤膜过滤。
- 3.10 冰乙酸。
- 3.11 标准品:纯度≥99%。
 - 3.11.1 磺胺二甲嘧啶。
 - 3.11.2 磺胺甲噁唑。
- 3.12 标准溶液
 - 3.12.1 标准储备液:准确称取磺胺二甲嘧啶、磺胺甲噁唑各10.0 mg,分别用乙腈溶解,各移入100 mL容量瓶中,并用乙腈稀释定容,摇匀。此溶液浓度各为100 μg/mL。贮于冰箱中,有效期3个月。
 - 3.12.2 混合标准中间液:分别吸取标准储备液各5.0 mL于50 mL容量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。即得含磺胺二甲嘧啶、磺胺甲噁唑分别为10.0 μg/mL的标准中间液。贮于冰箱中,有效期1个月。
 - 3.12.3 混合标准工作液:分别吸取混合标准中间液0,0.05,0.10,0.25,0.50和1.0 mL,分别放入各自的10 mL容量瓶中,各用流动相稀释至刻度,摇匀,即得混合标准工作液,含磺胺二甲嘧啶、磺胺甲噁唑分别为0,0.05,0.10,0.25,0.50,1.00 μg/mL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 旋转蒸发器。
- 4.3 涡流混匀器。
- 4.4 超声波发生器。
- 4.5 旋转蒸发器。
- 4.6 微孔滤膜过滤器。

5 测定步骤

5.1 试样处理

取 200 g 试样绞碎,称取 5.0 g(精确至 0.00 g)绞碎后的试样,置于塑料试管中,加入约 1 g 硫酸钠,乙腈+三氯甲烷(10 V+1 V)20 mL,超声提取 15 min,2 500 r/min 离心 3 min,过滤取滤液于蒸发瓶中,残渣再加乙腈+三氯甲烷(10 V+1 V)20 mL,超声提取 15 min,2 500 r/min 离心 3 min,过滤合并滤液于蒸发瓶中,于<40℃水浴旋转蒸发器上蒸发至干(如果量大,可分两次蒸)。残渣加入 2.0 mL 2%硫酸钠水溶液和 3.0 mL 正己烷,在涡流混匀器上剧烈混合。转入离心管中,4 000 r/min 离心 3 min。用吸管吸去上层正己烷,并弃去。再用 3.0 mL 正己烷洗水相一次,同法弃去正己烷。向水相中加入 30 mL 乙腈+三氯甲烷混合溶剂(2V+1V),于涡流混匀器上剧烈混匀,用吸管吸去上层液并弃去。下层有机相转入蒸发瓶中,于 40℃水浴中旋转蒸发至干。准确加入 1.0 mL 流动相溶解残渣,于涡流混匀器上混匀 3 min。通过 0.45 μm 的微孔滤膜过滤。滤液作 HPLC 分析。

5.2 测定

5.2.1 液相色谱参考条件

- a) 色谱柱:Hypersil ODS2 250 mm×4.6 mm(内径),粒径 5 μm;
- b) 流动相:甲醇+0.01 ml/L 磷酸盐缓冲液+冰乙酸=25+75+1.1;
- c) 检测波长:270 nm;
- d) 流速:1.0 mL/min。

5.2.2 标准曲线

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 样品的测定

在上述色谱条件下,吸取已净化的样品溶液 20 μL,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)分别计算供试样品中磺胺二甲嘧啶、磺胺甲噁唑的含量。

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

式中:

X——样品中磺胺二甲嘧啶(或磺胺甲噁唑)的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c——被测液中磺胺二甲嘧啶(或磺胺甲噁唑)的含量,单位为微克每毫升(μg/mL);

V ——被测液体积,单位为毫升(mL);

m ——样品质量,单位为克(g)。

6.2 检出限

本方法检出限为 $0.01 \mu\text{g/mL}$,当取样量为 5 g 时,方法的最低检出量为 $2 \mu\text{g/kg}$ 。

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% 。
