

鸡肉中环丙氨嗪残留量的测定 (Copure® MCX)

GB 31658.12-2021 《食品安全国家标准 动物性食品中环丙氨嗪残留量的测定 高效液相色谱法》

一、样品前处理

1.1 样品提取

1) 称取 5g 鸡肉样品于 50 mL 离心管中，加入 15mL 1% 三氯乙酸溶液 - 乙腈 (15+85, V/V)，高速均质 5min 使均质分散，9500r/min 离心 5min，吸取上层清液于 100mL 分液漏斗中；

2) 残渣中加入 10mL 1% 三氯乙酸溶液 - 乙腈 (15+85, V/V)，重复提取 1 次，合并提取液，加正己烷 30mL，振摇 2min，静置使其分层，收集下层液于 100mL 鸡心瓶中，于 40°C 水浴旋转蒸发至约 1mL，转至 10mL 离心管中，用 2mL 提取液淋洗鸡心瓶 1 次，再用 2mL 0.1mol/L 盐酸溶液淋洗鸡心瓶 1 次，合并提取液，9500r/min 离心 5min，上清液待净化。

二、样品净化 (Copure®MCX, 60mg/3mL)

1) 用 3mL 甲醇、3mL 0.1mol/L 盐酸溶液依次活化 MCX 混合型阳离子交换固相萃取柱；取全部备用液过柱，依次用 3mL 0.1mol/L 盐酸溶液、3mL 甲醇淋洗，抽干；加 5mL 5% 氨化甲醇洗脱，抽干，收集洗脱液；

2) 将收集的洗脱液于 40°C 下氮吹至近干，加 1mL 流动相，涡旋 30s 溶解残渣，过 0.22 μm 微孔滤膜，上机测定。

1.3 标准曲线的制备

1) 准确移取环丙氨嗪标准工作液适量，用流动相稀释，配成浓度为 0.05 μg/mL、0.1 μg/mL、0.2 μg/mL、0.4 μg/mL、0.8 μg/mL、1.0 μg/mL、2.0 μg/mL 的系列标准溶液，上机测定。

三、仪器条件

仪器设备：液相色谱仪 (1260 InfinityII, 配紫外检测器)
 色谱柱：InfinityLab Poroshell 120 HILIC, 2.1 x 100 mm, 2.7 μm
 流动相：25mmol/L 乙酸铵溶液 - 乙腈 (40+960, V/V)
 流速：0.300 mL/min
 检测波长：214nm；
 柱温：30°C
 进样体积：40.0 mL

四、实验结果

表 1 0.080mg/kg 鸡肉中环丙氨嗪加标回收实验结果

检测项目	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
	1	2	3		
环丙氨嗪	82.5	88.5	88.0	86.3	3.86

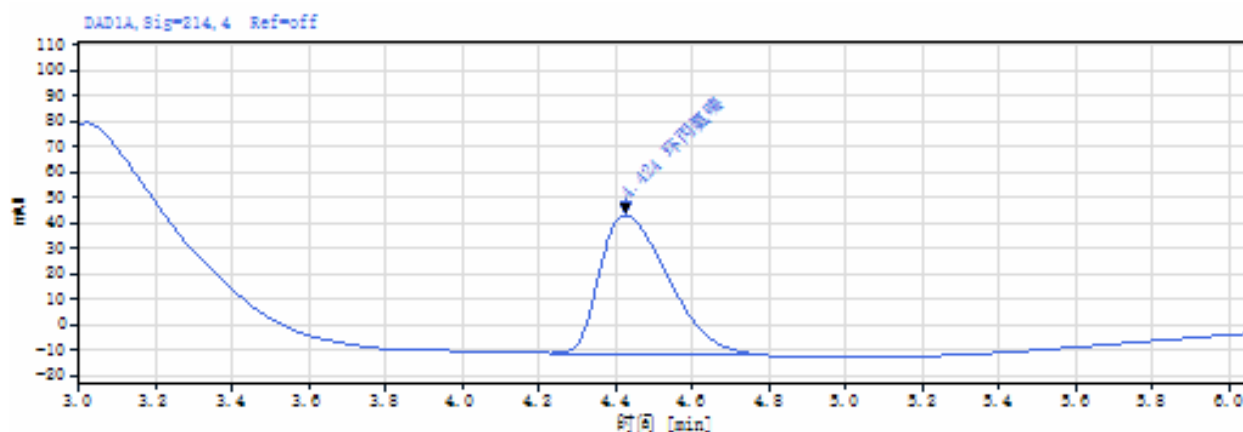


图 1 环丙氨嗪标准溶液色谱图 (0.500 μg/mL)

订购信息

货号	描述	包装
COMCX360	Copure®MCX 固相萃取柱, 60mg/3mL	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF130-22-NL	尼龙针式过滤器, 直径 13 mm, 孔径 0.22 μm, 有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 白色 PTFE/ 红色硅胶垫, 9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶, 带书写处 11.6*32 mm, 9-425	100 个 / 盒