



中华人民共和国国家标准

GB/T 20750—2006

牛肌肉中氟胺烟酸残留量的测定 液相色谱-紫外检测法

Determination of flunixin meglumine residue
in bovine muscle tissue—
LC-UV method

2006-12-31 发布

2007-03-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本标准的附录 A 和附录 B 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国秦皇岛出入境检验检疫局提出。

本标准由中华人民共和国质量监督检验检疫总局归口。

本标准起草单位：中华人民共和国秦皇岛出入境检验检疫局、中华人民共和国辽宁出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：庞国芳、李军、宋文斌、董振霖、李一尘、薛大方、于一茫。

本标准系首次发布的国家标准。

牛肌肉中氟胺烟酸残留量的测定

液相色谱-紫外检测法

1 范围

本标准规定了牛肌肉中氟胺烟酸残留量的液相色谱-紫外检测法。

本标准适用于牛肌肉中氟胺烟酸残留量的测定。

本标准的方法检出限为:0.005 mg/kg。

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。凡是不注明日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6379.1 测定方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第1部分:总则与定义(GB/T 6379.1—2004,ISO 5725-1:1994,IDT)

GB/T 6379.2 测定方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法(GB/T 6379.2—2004,ISO 5725-2:1994,IDT)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992,neq ISO 3696:1987)

3 原理

样品中氟胺烟酸采用 β -葡萄糖苷酸酶降解,然后用乙腈提取、浓缩,磷酸盐缓冲溶液溶解,SPE-C18净化和富集,利用适当的洗脱溶剂对固相萃取柱上富集的组分进行选择性的淋洗,通过高效液相色谱的紫外检测器进行分析测定,外标法定量。

4 试剂和材料

除另有说明外,所有试剂均为分析纯。水为GB/T 6682规定的一级水。

4.1 甲酸。

4.2 冰乙酸。

4.3 β -葡萄糖苷酸酶(β -glucuronidase)15 000 U/mL:例如: β -葡萄糖苷酸酶(600 000 U/g),准确称取0.050 0 g β -葡萄糖苷酸酶于5 mL玻璃试管中,加2 mL的磷酸盐(PBS)缓冲溶液溶解,用0.45 μ m尼龙滤膜过滤。使用前现配制。

4.4 葡萄糖。

4.5 浓盐酸。

4.6 流动相A:乙酸铵0.05 mol/L,pH5.0:准确称取3.90 g乙酸铵于1 000 mL的烧杯中,加900 mL水溶解并用甲酸调整至pH5.0,转移至1 000 mL容量瓶中,使用前过0.45 μ m滤膜。

4.7 流动相B:甲醇,色谱纯。

4.8 流动相C:乙腈,色谱纯。

4.9 混合流动相:将40 mL流动相B,30 mL流动相C以及30 mL流动相A相混合。

4.10 磷酸盐(PBS)缓冲溶液:称取0.8 g氯化钠,0.02 g氯化钾,0.02 g磷酸二氢钾,0.115 g磷酸氢二钠和0.02 g葡萄糖于250 mL烧杯中加约90 mL的水溶解,用0.1 mol/L磷酸调整pH6.0,转移至