



中华人民共和国国家标准

GB/T 20362—2006

鸡蛋中氯羟吡啶残留量的检测方法 高效液相色谱法

Method for the determination of clopidol residues in eggs—
High performance liquid chromatographic

2006-06-05 发布

2006-09-01 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 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：江苏省兽药监察所、上海兽药监察所。

本标准主要起草人：贡玉清、邵德佳、耿士伟、黄土新、曹莹。

鸡蛋中氯羟吡啶残留量的检测方法

高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了鸡蛋中氯羟吡啶残留量检验的制样和高效液相色谱测定方法。
本标准适用于鸡蛋中氯羟吡啶残留量的检测。

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

3 制样

3.1 样品的制备

取适量新鲜或冷藏的空白或供试全蛋,打开并搅匀。

3.2 样品的保存

4℃冰箱中贮存备用。

4 测定方法

4.1 方法提要或原理

试样中残留的氯羟吡啶经乙腈提取,用碱性氧化铝柱净化分离,洗脱液浓缩后用甲醇溶解。所得溶液用配有紫外检测器的高效液相色谱仪测定,外标法定量。

4.2 试剂和材料

以下所用的试剂,除特殊注明者外,均为分析纯试剂;水为符合 GB/T 6682 规定的二级水。

4.2.1 氯羟吡啶标准品:含氯羟吡啶($C_7H_7C_{12}NO$)不得少于 98%。

4.2.2 甲醇:色谱纯。

4.2.3 乙腈:色谱纯。

4.2.4 磷酸二氢钾。

4.2.5 磷酸氢二钠。

4.2.6 碱性氧化铝:200 目~300 目,层析用。

4.2.7 碱性氧化铝 SPE 柱:取适量氧化铝粉末置高温炉中,300℃~400℃烘烤 3 h,冷却后准确称取 100.0 g,加水 5.0 mL,搅拌使均匀,振摇 3 h,加适量甲醇,充入下装 G1 砂芯板的 300 mm×18 mm 玻璃柱中,填充至 12 cm 高度,用两倍柱体积甲醇淋洗后,备用。

4.2.8 磷酸盐缓冲液(pH7.0):准确称取磷酸氢二钠(Na_2HPO_4) 2.09 g,磷酸二氢钾(KH_2PO_4) 1.40 g,加水溶解并稀释至 500 mL,调节 pH 值至 7.0。

4.2.9 氯羟吡啶标准液:准确称取氯羟吡啶约 25 mg,置 250 mL 容量瓶中,加甲醇溶解,并稀释至刻度,使成浓度为 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的氯羟吡啶标准储备液,置 4℃冰箱中保存。临用前,准确量取适量标准储备液,用甲醇稀释成浓度为适宜浓度的标准工作液。