

水产品中氯霉素残留量的测定 GC 法

应用编号: MF10009

1. 样品预处理

鱼去鳞、去皮沿背脊取肌肉；虾去头、去壳、去附肢，取可食肌肉部分；蟹、中华鳖等取可食肌肉部分；样品切为不大于 0.5 cm×0.5 cm×0.5 cm 的小块后混匀，放置冰箱中冷冻贮存备用。

2. 样品提取

将样品解冻，称取样品 5 g (精确到 0.001g)，置于 50 mL 玻璃离心管中，加入乙酸乙酯 20 mL，均质机均质 1 min，分散均匀，提取氯霉素，4000 r/min 离心 3 min，将乙酸乙酯层转移到 100 mL 细口鸡心瓶中。再向离心管中加乙酸乙酯 10 mL，用原均质机均质混合 1 min，4000 r/min 离心 3 min，合并乙酸乙酯提取液于 100 mL 细口鸡心瓶中，于 40°C 水浴中减压旋转蒸发至干。

3. 脱脂

向鸡心瓶中加入 1 mL 甲醇旋涡混合溶解残留物，再加入 15 mL 正己烷和 25 mL 4% 氯化钠溶液，盖塞振荡混合 1 min，充分混合提取脂肪，转移到另一 50 mL 离心管中，4000 r/min 的速度离心 2 min，除去上层正己烷相并弃去。再向水相中加 10 mL 正己烷，重复提取一遍，弃去正己烷相。

水相中加入 15 mL 乙酸乙酯，旋涡混合器混合 2 min，3000 r/min 离心 3 min，吸取乙酸乙酯层，经过无水硫酸钠柱脱水过滤于 50 mL 鸡心瓶中。再向水相中加入 5 mL 乙酸乙酯，重复上述操作。用少量乙酸乙酯淋洗无水硫酸钠柱，合并提取液于 50 mL 鸡心瓶中，在 40°C 水浴中减压旋转蒸发至干。对于大部分样品，到此步骤净化效果已达到要求，对于净化不完全的样品可经 C18 固相萃取柱进一步净化。

加入 2 mL 乙酸乙酯溶解提取物并转移于 5 mL 具塞离心管中，用 1 mL 乙酸乙酯洗涤鸡心瓶，合并乙酸乙酯，于 50~55°C 的砂浴中吹氮蒸发至近干，再用 1 mL 乙酸乙酯洗涤离心管壁并吹干。以 5 mL 5%(V/V) 的乙腈水溶液溶解。待净化。

4. Cleanert® C18 柱净化 (1g / 6mL)

柱活化: 依次用 5 mL 甲醇、5 mL 氯仿、5 mL 甲醇和 5 mL 水淋洗活化(注意: 不要干)

上样: 把处理好的样品溶液过柱(流速控制在 1 mL/min 以内)

淋洗: 6 mL 水淋洗 C18 柱, 让洗涤液完全流出 C18 柱后抽干

洗脱: 5 mL 乙腈洗脱并收集洗脱液

浓缩: 在温度 50~55°C 的砂浴中, 用氮气吹除乙腈至近干, 再用 1 mL 乙腈洗涤离心管壁并用氮气吹干。

此过程可在 Qdaura® 卓睿全自动固相萃取仪上完成。

5. 衍生化

向干的残留物中加 100 µL 衍生化试剂 (N,O-双(三甲基硅烷基)三氟乙酰胺 (BSTFA) / 三甲基氯硅烷 (TMCS) 体积比 99:1), 盖塞并旋涡混合 10s, 在 70°C 烘箱中反应 30 min。再在 50~55°C 砂浴中, 用氮气流吹除多余的试剂, 至样品管刚好吹干为止 (注意: 此步过长的吹干时间可导致丢失分析物)。加入 0.5 mL 正己烷, 旋涡混合 10s, 供气相色谱分析用。

6. 订货信息

产品名称	规格包装	订货号
Qdaura® 卓睿 全自动固相萃取仪	4 通道 24 位	SPE-40
Cleanert® C18 固相萃取柱	1g / 6mL, 30支/pk	S180006
DA-5 气相色谱柱	30 m×0.53 mm×1.5 µm	0153-3015
Venusil® HILIC 液相色谱柱	2.1×150 mm, 5 µm, 100 Å	VH951502-0
针式过滤器 (PTFE)	0.22µm, 直径13mm, 100个/pk	AS041320
一次性无针头注射器	5 mL, 100/pk	ZSQ-5ML
1.5mL 样品瓶	短螺纹透明带书写 32×11.6 mm, 100/pk	1109-0519
1.5mL 样品瓶盖	9 mm 中心孔 蓝盖, 红色 橡胶/米色 PTFE 隔垫, 45. Shore A 1.0 mm, 100/pk	0915-1819
甲醇	4×4 L/箱	AH230-4
乙腈	4×4 L/箱	AH015-4