

附录 A
(资料性附录)
标准品色谱图

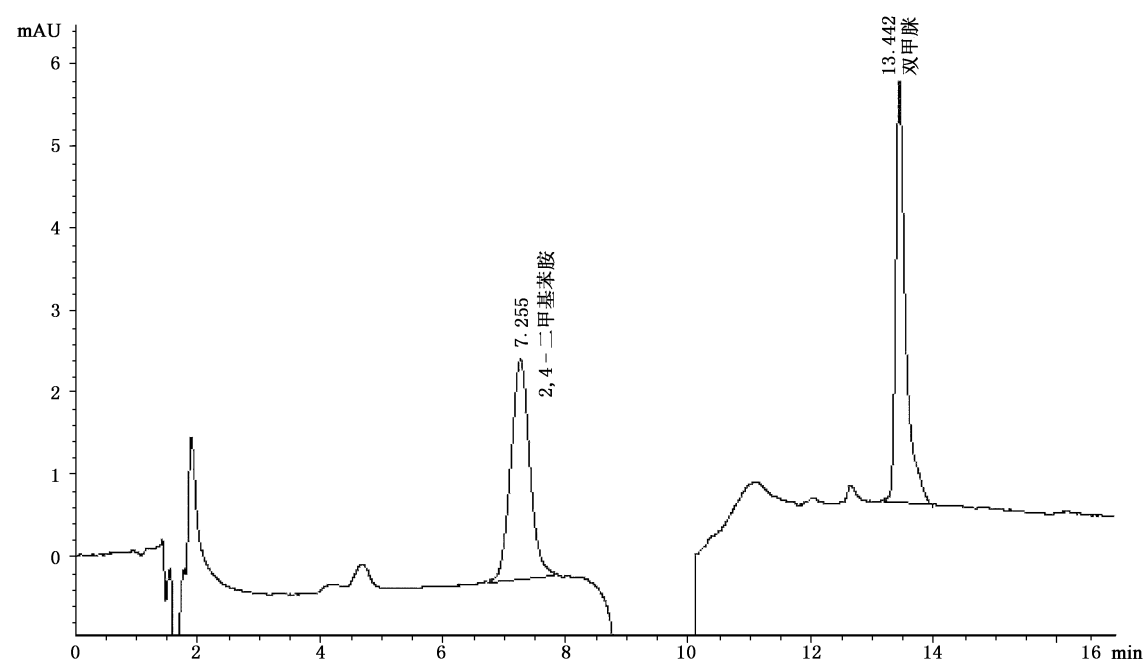


图 A.1 双甲脒及双甲脒代谢物(2,4-二甲基苯胺)标准品的液相色谱图

GB/T 21169—2007



中华人民共和国国家标准

GB/T 21169—2007

蜂蜜中双甲脒及其代谢物残留量测定 液相色谱法

Determination of amitraz and metabolite residues in honey—
Liquid chromatography



GB/T 21169—2007

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-30911

定价: 10.00 元

2007-10-31 发布

2008-04-01 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

中 华 人 民 共 和 国
 国 家 标 准
蜂蜜中双甲脒及其代谢物残留量测定
液相色谱法
 GB/T 21169—2007
 *
 中国标准出版社出版发行
 北京复兴门外三里河北街16号
 邮政编码:100045
 网址 www.spc.net.cn
 电话:68523946 68517548
 中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
 各地新华书店经销
 *

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字
 2008年3月第一版 2008年3月第一次印刷

*
 书号: 155066·1-30911 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
 版权专有 侵权必究
 举报电话:(010)68533533

8 结果计算

8.1 结果用色谱数据处理机或按式(1)计算试样中双甲脒残留量,计算结果需扣除空白值。

$$X_1 = \frac{A_1 \cdot c_1 \cdot V_1}{A_{S1} \cdot m_1} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- X₁——试样中双甲脒残留含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- A₁——样液中双甲脒的峰面积;
- c₁——标准工作溶液中双甲脒的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- V₁——样液最终定容体积,单位为毫升(mL);
- A_{S1}——标准工作溶液中双甲脒的峰面积;
- m₁——最终样液代表的试样量,单位为克(g)。

8.2 结果用色谱数据处理机或按式(2)计算试样中代谢物换算成双甲脒残留量,计算结果需扣除空白值。

$$X_2 = \frac{A_2 \cdot c_2 \cdot V_2}{A_{S2} \cdot m_2} \times 1.21 \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- X₂——试样中代谢物换算成双甲脒残留含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- A₂——样液中双甲脒代谢物(2,4-二甲基苯胺)的峰面积;
- c₂——标准工作溶液中双甲脒代谢物(2,4-二甲基苯胺)的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- V₂——样液最终定容体积,单位为毫升(mL);
- A_{S2}——标准工作溶液中双甲脒代谢物(2,4-二甲基苯胺)的峰面积;
- m₂——最终样液代表的试样量,单位为克(g);

1.21——由2,4-二甲基苯胺分子质量换算为双甲脒分子质量的转换系数。

8.3 双甲脒残留总量按式(3)计算。

$$X_3 = X_1 + X_2 \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- X₃——试样中双甲脒残留总含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- X₁——试样中双甲脒残留含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- X₂——试样中代谢物换算成双甲脒残留含量,单位为毫克每千克(mg/kg)。

9 检测低限、回收率

9.1 检测低限

本方法的检测低限双甲脒为0.01 mg/kg,双甲脒代谢物(2,4-二甲基苯胺)为0.02 mg/kg。

9.2 回收率

蜂蜜中双甲脒在添加水平0.010 mg/kg~0.100 mg/kg范围内,其回收率为99.8%~100.0%;双甲脒代谢物(2,4-二甲基苯胺)在添加水平0.020 mg/kg~0.100 mg/kg范围内,其回收率为71.7%~73.6%。

- 5.4 旋转蒸发器或相当者。
 5.5 旋涡混匀器。
 5.6 移液管:10 mL,5 mL,1 mL。
 5.7 有机滤膜:0.45 μm 。
 5.8 离心机:3 000 r/min,10 000 r/min。
 5.9 具塞离心管:50 mL,1.5 mL。

6 试样的制备与保存

6.1 试样制备

对无结晶的实验室样品,将其搅拌均匀。对有结晶的样品,在密闭情况下,置于不超过 60℃的水浴中温热,振荡,待样品全部融化后搅匀,冷却至室温。均分成两份,分别装入样品瓶内作为原始样品。密封并标明标记。

6.2 试样保存

将试样于常温状态下保存。

注:在取样和制样的操作过程中,应防止样品受到污染或发生残留物含量的变化。

7 测定步骤

7.1 提取

称取 5 g 试样(精确至 0.01 g)。置于 50 mL 具塞离心管中,加入 5.0 mL 氢氧化钠溶液,旋涡混匀 1 min,再加入 15.0 mL 混合提取液,旋涡混匀 1 min,混匀后于 3 000 r/min 下离心 5 min,吸取上层液转移至 50 mL 离心管中;再加入 10.0 mL 正己烷,旋涡混匀 1 min,混匀后于 3 000 r/min 下离心 5 min,吸取上清液转移至 50 mL 离心管中,于 35℃~40℃的水浴中旋转蒸发浓缩至干,用 0.50 mL 乙腈溶解残渣,转移至 1.5 mL 离心管;再加入 0.50 mL 水溶解残渣,合并转移至 1.5 mL 离心管,在 10 000 r/min 离心 5 min,溶液过 0.45 μm 的滤膜到进样瓶中,供液相色谱仪测定。

7.2 测定

7.2.1 液相色谱条件

- 色谱柱: C_{18} , 5 μm , 150 mm \times 4.6 mm (内径),或相当者;
- 流动相:乙腈(A)+0.02 mol/L 乙酸铵水溶液(B);
- 梯度洗脱程序:0 min~6.0 min 35%A,6 min~8.5 min 35%~90%A,8.5 min~16 min 90%A,16.0 min~16.1 min 90%~35%A,16.1 min~20.0 min 35%A;
- 流速:1.0 mL/min;
- 柱温:30℃;
- 进样量:20 μL ;
- 检测波长:235 nm(0 min~10.0 min);289 nm(10.0 min~20.0 min);
- 检测器:紫外检测器。

7.2.2 液相色谱测定

根据样液中双甲脒残留量情况,选定峰面积相近的标准工作溶液。标准工作溶液和样液中双甲脒及其代谢物响应值均应在仪器检测线性范围内。对标准工作溶液和样液等体积参插进样进行测定。在上述色谱条件下,双甲脒的保留时间约为 13.44 min,其代谢物的保留时间约为 7.24 min。标准品色谱图参见图 A.1。

7.3 空白试验

除不称取试样外,均按上述步骤进行。

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国家质量监督检验检疫总局提出并归口。

本标准起草单位:中华人民共和国江苏出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:赵增运、陈惠兰、林宏、吴斌、丁涛、徐锦忠、沈崇钰、朱成晶、蒋原、陶宏锦。