

# 蜂蜜中甲硝唑、洛硝哒唑、二甲硝咪唑的测定

## 1、适用范围

适用于蜂蜜中甲硝唑、洛硝哒唑、二甲硝咪唑的含量测定（本实验采用蜂蜜为样品基质）

参考标准：《GB/T18932.26-2005 蜂蜜中甲硝唑、洛硝哒唑、二甲硝咪唑残留量的测定方法 液相色谱法》

## 2、溶液的配制

- 1) 标准贮备液：分别准确称取甲硝唑、洛硝哒唑、二甲硝咪唑标准品 10mg，用甲醇溶解并定容至 10mL，该浓度为 1mg/mL；
- 2) 标准工作液：准确移取 0.1mL 标准贮备液，用甲醇稀释并定容至 10mL，该浓度为 10 $\mu$ g/mL；
- 3) 洗脱液：氨水+水+甲醇=0.2+2+8：移取 2mL 氨水，20mL 水，80mL 甲醇，混匀。
- 4) 磷酸溶液：取 6.4g 磷酸，用水定容至 1L，混匀。
- 5) 33%甲醇水：量取 33ml 甲醇，67ml 水，混匀。
- 6) 乙酸盐缓冲溶液 0.82g/L：称取 0.82g 无水乙酸钠，用 800ml 水溶解，用冰乙酸调节 pH 至 4.3，用水稀释至 1L。

## 3、提取步骤

- 1) 称取 6g 样品，加入 6mL 水，再加入 20ml 乙酸乙酯涡旋，振荡后，离心 10min（8000r/min），

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 TeL:400-810-6969

邮编:321000

E-maiL:Lingyuyu@weLchmat.com

移取上清液于鸡心瓶中；往残渣中再加入 20mL 乙酸乙酯，重复提取一次，合并两次上清液；

2) 将提取液于 35℃ 水浴旋蒸至干，加入 5ml 磷酸水溶液，超声溶解，待净化。

#### 4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 WeLchrom® P-SCX 规格：200mg/6mL。

活化：3 mL 乙腈、3mL 磷酸溶液，弃去；

上样：待净化液全部上样，控制流速，不宜过快，弃去；

淋洗：分别用 3mL 磷酸溶液，2mL 甲醇淋洗，弃去并抽干。

洗脱：用 5mL 洗脱液洗脱，收集于 15mL 离心管中，抽干。

浓缩：氮吹前加入 20 $\mu$ L 甲酸，混匀后在 35℃ 水浴下氮气吹干，用 33% 甲醇水复溶，定容至 2mL，过 0.22 $\mu$ m 有机滤头，待检测。

#### 5、注意事项

1) 加标水平：6g 样中加入 0.06mL 10 $\mu$ g/mL，最后定容至 2mL，该加标水平为 0.1mg/kg，机读数为 0.3 $\mu$ g/mL。

#### 6、色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate® XB-C18 4.6\*250mm,5 $\mu$ m

流动相：乙酸盐缓冲溶液：乙腈（9:1）混成一相

流速：1.0mL/min

柱温：30℃

进样量：20 $\mu$ L

声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

Add: 浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel: 400-810-6969

邮编：321000

E-mail: [Lingyuyu@weLchmat.com](mailto:Lingyuyu@weLchmat.com)

检测波长：315nm

## 7、色谱图或者加标回收率结果

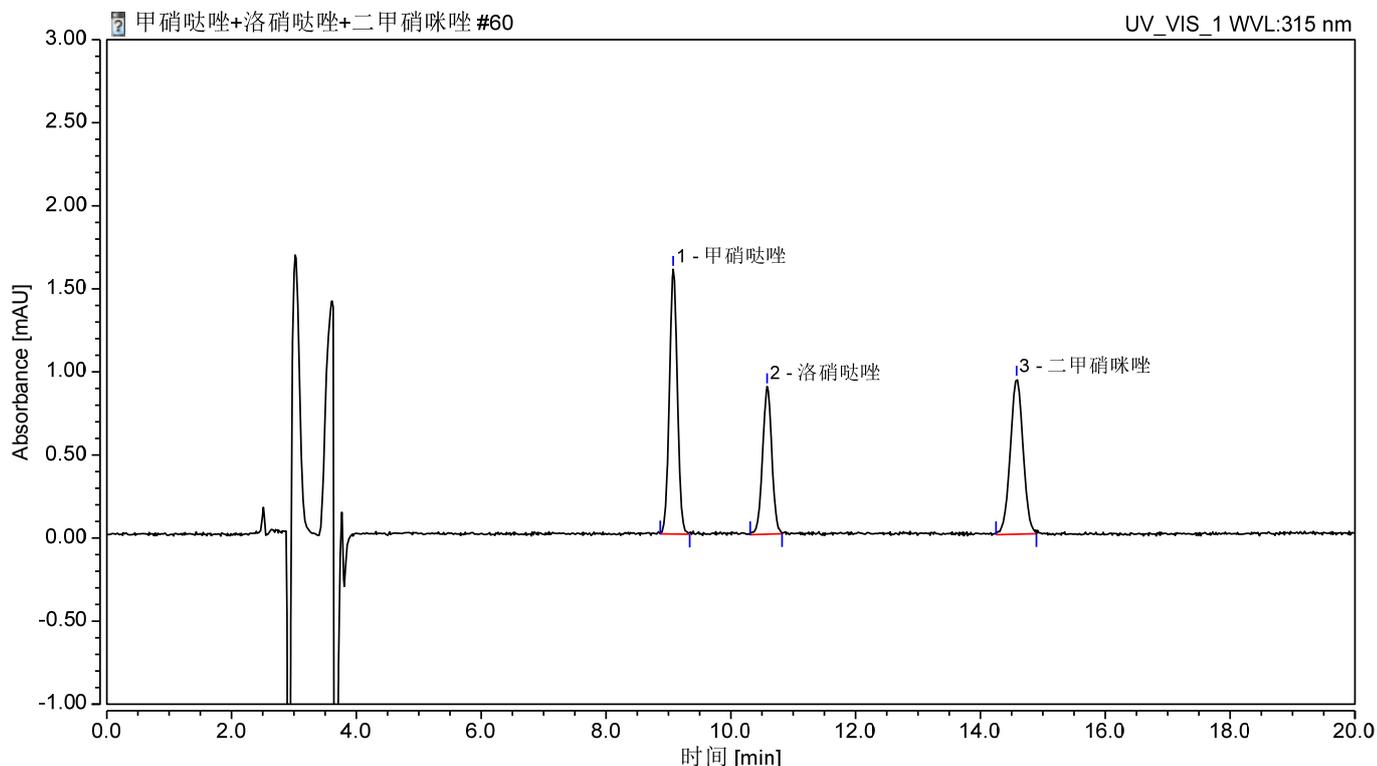


图 1.甲硝唑、洛硝唑，二甲硝唑混标 0.3 $\mu$ g/mL 图谱

峰名称	保留时间	峰面积	峰高	相对峰面积	拖尾因子	不对称度	分离度	塔板数
	min	mAU*min	mAU	%		(EP)	(EP)	(EP)
甲硝唑	9.076	0.236	1.594	38.58	1.08	1.04	5.96	24166
洛硝唑	10.581	0.154	0.888	25.20	1.05	1.01	12.40	24080
二甲硝唑	14.578	0.222	0.934	36.22	1.06	1.02	n.a.	24346

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 TeL:400-810-6969

邮编:321000

E-mail:Lingyuyu@weLchmat.com

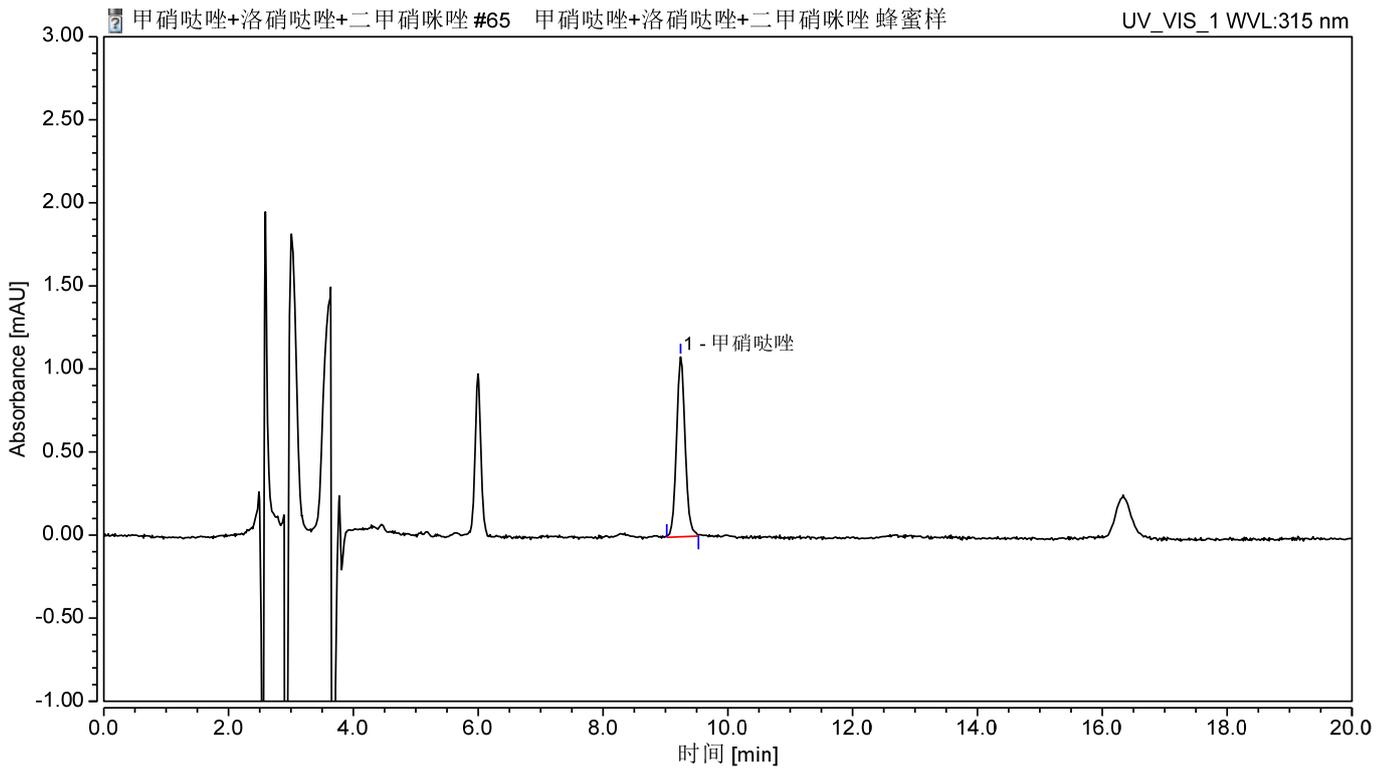
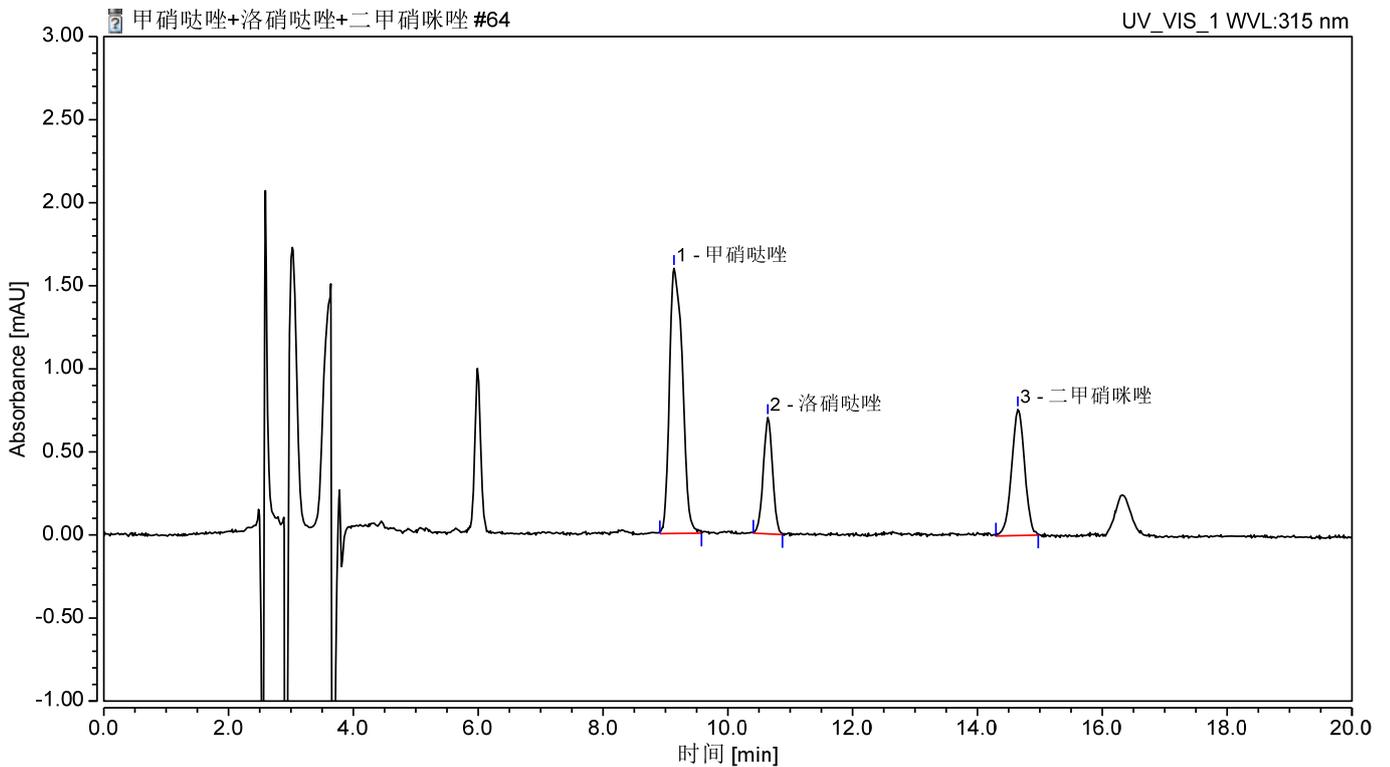


图 2 蜂蜜样过柱图谱



声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 TeL:400-810-6969

邮编: 321000

E-maiL:Lingyuyu@weLchmat.com

图3 蜂蜜样加标 0.1mg/kg 过柱图谱

表2. 回收表

物质	加标水平 mg/kg	平均回收率 (%)	RSD (%)
甲硝唑	0.1	104%	1.45%
洛硝哒唑		84%	0.04%
二甲硝咪唑		82%	4.90%

## 8、相关产品信息

货号	名称	规格
00523-20014	SPE 小柱	Welchrom®P-SCX , 200mg/6mL,30pk
00000-30016	50mL 螺口尖底离心管	50 支/包
00000-30013	15mL 螺口尖底离心管	100 支/包
00824-31001	Welch 固相萃取装置	12 位方缸
00821-32291	盖子+垫片	预切口红色特氟龙/白色硅胶隔垫, 9mm 蓝色短螺纹开口盖 中心孔 6mm 100pk
00821-40927	样品瓶	2mL 透明短螺纹广口样品瓶 带书写处 11.6*32mm 一级水解玻璃 100pk
00201-31043	液相色谱柱	Ultimate®XB- C18 , 4.6×250mm,5μm
00802-02201	针头式过滤器	进口 NY,13mm*0.22μm,100pk
00826-M101P2 50	甲硝唑(灭滴灵)标准品	CAS No.:443-48-1,250mg
00826-R015P10 0	罗硝唑/洛硝哒唑标准品	CAS No.:7681-76-7,100mg
00826-D328P2 50	二甲硝咪唑(迪美唑, 地美硝唑)标准品	CAS No.:551-92-8,250mg

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000

E-mail:Lingyuyu@weLchmat.com