

# 南通蜂蜜中链霉素残留量GB/T 18932.3检测

产品名称	南通蜂蜜中链霉素残留量GB/T 18932.3检测
公司名称	广分检测技术（苏州）有限公司检测部
价格	1300.00/件
规格参数	品牌:GFQT 周期:5-7个工作日 检测范围:全国
公司地址	江苏省昆山市陆家镇星圃路12号智汇新城B区7栋
联系电话	0512-65587132 17312626973

## 产品详情

### 1.范围

GB/T 18932的本部分规定了蜂蜜中链霉素残留量的高效液相色谱测定方法。

本部分适用于蜂蜜中链霉素残留量的测定。

本部分链霉素的方法检出限为0.010mg/kg。

### 2.规范性引用文件

下列文件中的条款通过GB/T 18932的本部分的引用而成为本部分的条款。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部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的\*新版本。凡是不注日期的引用文件,其\*新版本适用于本部分。

GB/T 6379-1986 测试方法的精密度 通过实验室间试验确定标准测试方法的重复性和再现性(neq ISO 5725:1981)

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

### 3.原理

试样中链霉素残留用磷酸溶液提取。提取液过滤后,用阳离子交换柱和C18固相萃取柱净化。用甲醇洗脱吸附在萃取柱上的链霉素残留。用旋转蒸发器减压蒸干洗脱液。用0.01mol/L庚烷磺酸钠溶液溶解残渣。溶液供带柱后衍生装置的高效液相色谱荧光检测器测定。

### 4.试剂和材料

4.1 甲醇:色谱纯。

4.2 乙腈:色谱纯。

4.3 正己烷:分析纯。

4.4 乙酸:分析纯。

4.5 磷酸:优级纯。

4.6 磷酸氢二钾:优级纯。

4.7 磷酸二氢钾:优级纯

4.8 氢氧化钠:优级纯。

4.9 庚烷磺酸钠: $C_7H_{15}NaO_3S \cdot H_2O$ , 色谱纯。

4.10 1,2-萘醌-4-磺酸钠:分析纯。

4.11 叔丁基甲醚:分析纯。

4.12

阳离子交换柱:苯磺酸型固相萃取柱,500mg,3mL。使用前用5mL甲醇(4.1)和10mL水预洗并保持柱体湿润。

4.13 C18固相萃取柱:500mg,3mL。使用前用5mL甲醇和10mL水预洗并保持柱体湿润。

4.14 玻璃棉:磷酸浸泡。

4.15 磷酸溶液:pH=2。1000mL水中加入1ml磷酸(4.5),在pH测试仪上滴加磷酸调节溶液pH=2。

4.16 磷酸盐缓冲溶液:0.2mol/L,pH=8。称取33.46g磷酸氢二钾(4.6)和1.05g磷酸二氢钾(4.7)于2000mL烧杯中,加入900mL水并置于磁力搅拌器上搅拌,待其完全溶解后,用水定容至1000mL。在pH测试仪上滴加数滴磷酸调节溶液pH=8。

4.17 氢氧化钠溶液:0.2mol/L。称取8g氢氧化钠(4.8)溶于1000mL水中。

4.18 庚烷磺酸钠溶液:0.05mol/L。称取11g庚烷磺酸钠(4.9)溶于100mL水中。

4.19 庚烷磺酸钠溶液:0.01mol/L,pH=3.3。称取2.2g庚烷磺酸钠于2000mL烧杯中,加入900mL水使其完全溶解,再转入1000mL容量瓶中,用水定容至刻度。在pH测试仪上滴加乙酸(4.4)调节溶液pH=3.3。

4.20 叔丁基甲醚正己烷混合溶液·4+1。分别量取80mL叔丁基甲醚(4.11)和20mL正己烷(4.3)于100mL容量瓶中,混匀。

4.21 链霉素标准物质含量大于95%。

4.22 链霉素标准储备溶液:准确称取适量链霉素标准物质(4.2.1),用水配成0.10mg/mL的标准储备溶液贮存于4℃冰箱中。

4.23 链霉素标准工作溶液:根据试验需要,用庚烷磺酸钠溶液(4.19)稀释标准储备液(4.22)配成适当浓度的标

准工作溶液。

4.24 试验用水为符合GB/T 6682-1992规定的一级水。

## 5.仪器

5.1 高效液相色谱仪配有柱后衍生装置和荧光检测器。

5.2 旋转蒸发器。

5.3 真空泵·真空度应达到80kPa。

5.4 pH计:测量精度  $\pm 0.02$ 。

5.5 液体混匀器。

5.6 真空固相萃取装置。

5.7 储液器:50mL。

5.8 鸡心瓶·150mL。

5.9 平底烧瓶:200mL。

5.10 微量进样器:100  $\mu$  L。

## 6.试样的制备与保存

### 6.1 试样的制备

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,迅速冷却至室温。分出0.5kg作为试样。制备好的试样置于样品瓶中,密封,并标明标记

### 6.2 试样的保存

将试样于常温下保存。

## 7.分析步骤

### 7.1 提取

称取10g试样,\*\*到0.01g,置于150mL三角瓶中。加入25mL磷酸溶液(4.15),在液体混匀器上高速混合5mm,使试样完全溶解。