

日本厚生劳动省

# 食品中 农用化学品残留 检测方法

增补本1

国家质量监督检验检疫总局食品安全局  
中国检验检疫科学研究院

编译

Methods for  
Determination of  
Agricultural Chemical  
Residues in Foods   Supplement 1



中国标准出版社

日本厚生劳动省

# 食品中农用化学品残留 检测方法

## 增补本 1

Methods for Determination of  
Agricultural Chemical Residues in Foods  
Supplement I

国家质量监督检验检疫总局食品安全局 编译  
中国检验检疫科学研究院

中国标准出版社  
北京

**图书在版编目(CIP)数据**

日本厚生劳动省食品中农用化学品残留检测方法：  
增补本 1/国家质量监督检验检疫总局食品安全局，  
中国检验检疫科学研究院编译。—北京：中国标准出版社，  
2007

ISBN 978-7-5066-4555-3

I. 日… II. ①国…②中… III. 食品-农药残留-  
残留量测定 IV. TS207.5

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2007)第 105767 号

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 20.75 字数 600 千字

2007 年 8 月第一版 2007 年 8 月第一次印刷

\*

定价 55.00 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

## 编译委员会

主任 李元平 王大宁

副主任 唐英章 唐光江 唐丹舟

主编 王大宁

副主编 唐英章 姜宗亮 陶武盛 赵国庆

编委 (排名不分先后)

温志海 田克智 占春瑞 汤志旭 唐英章 唐光江

唐丹舟 廖燕燕 祝建新 易名 卜延刚 王健

林卫文 牟峻 王建华 王凤池 沈崇钰 鲍晓霞

林安清 王志元 蓝芳 梁希扬 卫峰 徐宝梁

伍飚 代汉慧 储晓刚 武德银 李晓娟 彭涛

国伟 李淑娟 韩璐 张利兰 王旭亮 刘忠英

聂雪梅 陈颖 王文枝 杜艳 陈冬东 罗祎

吴亚军 袁飞 孙利 凌云 雍炜 李立

陈志峰 李建中 安娟 蔡慧霞

审校 田克智 温志海 占春瑞 汤志旭

## 序 言

随着全球经济一体化的不断发展，我国与世界经济的相互联系和影响日益加深，与世界各国的贸易保持着稳定快速增长。作为世界食品、农产品生产和消费大国，近年来，我国具有国际化竞争优势的食品、农产品国际贸易日益扩大，特别是由于产品结构互补、运输保鲜便利，日本成为我国食品、农产品出口第一大市场，占我国食品、农产品出口总额的三分之一左右。

2006年5月29日，日本将开始实施食品中农用化学品(农药、兽药及饲料添加剂等)残留“肯定列表制度”，大幅度提高该国食品与农产品进口的准入门槛。这无疑给我国食品、农产品出口带来了严峻考验，也是对我国分析检测技术的新考验。国家质量监督检验检疫总局对此高度重视，为了积极主动应对日本“肯定列表制度”，减少其对我国食品、农产品出口带来的影响，多次组织系统内外的专家制定应对措施。

为此，国家质量监督检验检疫总局组织专家将日本提供的《食品中残留农药、饲料添加剂及兽药检测方法》进行编译并正式出版。该书对日本厚生劳动省提供的日本国内现行的正式检测方法进行了系统编译，可为我国负责食品、农产品出口的监管、检验部门提供技术上的服务，为我国食品、农产品出口企业提供技术上的指导。

衷心希望该书的出版，有助于我国更好地应对日本的“肯定列表制度”，并能够进一步推动食品安全检测技术的研究，在保护消费者利益和促进我国食品进出口贸易方面发挥积极的作用。

国家质量监督检验检疫总局副局长

王振

## 前　　言

近年来,由于日本在进口农产品中频繁发现农兽药残留超标现象,在日本国内,也发现了违法使用未登记农药的情况,使日本的食品安全受到了一定的威胁。在上述情况下,日本于2002年成立了食品安全委员会,以加强和协调相关机构对食品安全的管理。日本厚生劳动省于2002年修订了其原有的《食品卫生法》,并通过了食品卫生法修正案。2003年5月,日本厚生劳动省根据食品卫生法修正案,提出了与现行制度有着本质区别的食品中农用化学品(农药、兽药及饲料添加剂等)残留“肯定列表制度”,并执行新的残留限量标准,与日本现行标准相比,新标准对食品中农用化学品残留限量的要求更加全面、系统和严格。

为积极应对该制度的实施,尽可能减少“肯定列表制度”给我国对日出口带来的影响,国家质量监督检验检疫总局曾于2006年初组织专家对日本先行颁布的185个检测方法编译成《食品中农用化学品残留检测方法》,并于当年5月出版发行。《食品中农用化学品残留检测方法》主要是日本在2006年3月30日以前颁布或者修订的检测方法,包括179个单残留检测方法和6个多残留检测方法。从“肯定列表制度”正式实施至2007年4月30日,日本厚生劳动省陆续修订或追加了91个方法,其中包括63个新颁布方法和28个修订方法。为给出口日本的食品、农产品企业以及负责食品、农产品出口的监管单位提供及时的技术服务,国家质量监督检验检疫总局组织专家对新颁布或修订的91个方法进行编译并以“增补本1”的形式正式出版。另外,日本厚生劳动省还会陆续颁布或修订检测方法,届时我们将及时编译整理并以增补本的形式陆续出版。

全书共分为正文和附录两大部分:正文是根据“肯定列表制度”正式实施至2007年4月30日,对日本厚生劳动省陆续提供的食品中残留农药、兽药及饲料添加剂检测方法编译而成,分增补部分和修订部分,每部分均按汉语拼音顺

序排列。每部分的“同时检测方法”作为“其他”单列在每部分的最后。附录为本书检测方法中所涉及的试剂、样品制备方法、农用化学品的中日英名称对照表和农用化学品英日中名称对照表。

本书的编译得到了国家质量监督检验检疫总局有关领导的亲切关怀和大力支持,其他参加编译的单位包括:江西出入境检验检疫局、山东出入境检验检疫局、天津出入境检验检疫局、吉林出入境检验检疫局、河北出入境检验检疫局等。国家质量监督检验检疫总局葛志荣副局长为本书作序,在此表示衷心的感谢。本书在编译过程中得到中国标准出版社的鼎力支持,在此谨向支持我们的同仁致以诚挚的谢意。

由于时间仓促和水平有限,本书中恐有不当和错误之处,恳请广大读者批评指正。

编译者

2007年5月

# 目 录

本书所用术语及注意事项 ..... 1

## 增补部分

### A

阿苯哒唑、丙氧苯咪唑、噻菌灵、氟苯哒唑及甲苯咪唑检测方法(畜产品、水产品).....	2
氨丙啉和癸氧喹酯检测方法(畜产品、水产品) .....	5
胺碘酮检测方法(农产品).....	7
奥美普林、敌菌净、甲氧苄氨嘧啶及乙胺嘧啶检测方法(畜产品、水产品) .....	9

### B

苯并双环酮检测方法 .....	11
苯桥蒽检测方法(农产品) .....	13

### D

敌草腈检测方法(农产品) .....	15
敌草快、百草枯和缩节胺检测方法(农产品).....	17
敌菌灵检测方法(农产品) .....	21
丁硫克百威、克百威、呋线威和丙硫克百威检测方法(农产品) .....	23
多菌灵、硫菌灵、甲基硫菌灵和苯菌灵检测方法(农产品) .....	28

### E

恶霉灵检测方法(农产品) .....	31
恩诺沙星、喹菌酮、氧氟沙星、奥比沙星、色拉沙星、二氟沙星、达氟沙星、萘啶酸、诺氟沙星和 氟甲喹检测方法(畜产品、水产品).....	34
二氢链霉素和链霉素检测方法(农产品) .....	37
二噁农检测方法(农产品) .....	39

### F

呋虫胺检测方法(农产品) .....	41
呋虫胺检测方法(畜产品) .....	43
氟虫酰胺检测方法(农产品) .....	45
氟啶虫酰胺检测方法(农产品) .....	47
氟啶虫酰胺检测方法(畜产品) .....	50
氟硫草定和噻草啶检测方法 .....	52
氟酮磺隆检测方法(农产品) .....	54

### H

环氧丙烷检测方法(农产品) .....	56
---------------------	----

## 目 录

磺胺喹恶啉、磺胺嘧啶、磺胺二甲嘧啶、磺胺间二甲氧嘧啶、新诺明、磺胺甲氧哒嗪、磺胺甲基嘧啶、磺胺间甲氧嘧啶和磺胺二甲异噁唑检测方法(畜产品、水产品) .....	58
磺草灵检测方法(农产品) .....	60

### J

甲基碘磺隆、胺苯磺隆、乙氧嘧磺隆、醚磺隆、乙黄隆、醚苯黄隆、烟嘧黄隆、百速隆、甲基氟嘧磺隆、氟磺隆和玉嘧磺隆检测方法 .....	62
结晶紫和甲基蓝检测方法(畜产品、水产品) .....	65
井岗霉素检测方法(农产品) .....	67

### K

克草立特检测方法(农产品) .....	69
喹菌酮检测方法(农产品) .....	71

### L

邻苯基苯酚及联苯检测方法(农产品) .....	73
磷化氢检测方法(农产品) .....	75
硫丹检测方法(畜产品、水产品) .....	77
硫双威和灭多威检测方法(农产品) .....	78

### M

茅草枯检测方法(农产品) .....	80
嘧硫草醚检测方法(农产品) .....	82
棉铃威检测方法(农产品) .....	85
棉隆、威百亩和硫氰酸甲酯检测方法(农产品) .....	88

### N

尼古丁检测方法(农产品) .....	90
--------------------	----

### P

曝咪唑富马酸盐检测方法(农产品) .....	92
------------------------	----

### Q

氰化氢检测方法(农产品) .....	94
炔草酯检测方法(农产品) .....	96

### S

噻酰菌胺检测方法(农产品) .....	98
三苯锡检测方法(农产品) .....	100
三氯乙酸钠检测方法(农产品) .....	103
三溴沙仑和硫氯酚检测方法(畜产品、水产品) .....	105
杀螟丹、免速达及硫赐安检测方法(农产品) .....	107
双甲脒检测方法(农产品) .....	110

## 目 录

### T

头孢唑啉、头孢吡肟、头孢氨苄、头孢洛宁、头孢呱酮和头孢呋肟检测方法(畜产品、水产品) .....	113
土拉霉素检测方法(畜产品、水产品) .....	116
土霉素检测方法(农产品).....	118

### W

肟醚菌胺检测方法(农产品).....	121
--------------------	-----

### X

烯虫酯试验方法(农产品).....	123
消螨普检测方法(农产品).....	125

### Y

叶菌唑检测方法(农产品).....	127
乙烯利检测方法(农产品).....	130
异恶隆、敌草隆、特丁隆、杀铃脲、伏草隆和利谷隆检测方法(农产品).....	132
抑菌灵及甲基益发灵试验方法(农产品).....	135

### Z

仲丁胺检测方法(农产品).....	137
唑菌胺酯检测方法(畜产品).....	139
唑菌胺酯检测方法(农产品).....	141

### 其 他

LC-MS 农用化学品同时检测方法(畜产品、水产品) .....	143
----------------------------------	-----

## 修 订 部 分

2,4-D、2,4-D 丁酸和调果酸检测方法(农产品) .....	152
-----------------------------------	-----

### B

苯硫磷、莎稗磷、氯唑磷、异稻瘟净、乙硫磷、敌瘟磷、丙线磷、乙嘧硫磷、硫线磷、喹硫磷、毒死蜱、 甲基毒死蜱、毒虫畏、杀螟腈、乙拌磷、甲基毒虫畏、乐果、硫丙磷、二嗪农、甲基乙拌磷、杀虫威、 特丁磷、三唑磷、脱叶磷、甲基托氯磷、对硫磷、甲基对硫磷、哌草磷、吡唑硫磷、吡嘧磷、哒嗪硫 磷、甲基嘧啶磷、克线磷、杀螟硫磷、丰索磷、倍硫磷、双硫丹、抑草磷、丙硫磷、丙虫磷、丙溴磷、 溴硫磷、地散磷、辛硫磷、伏杀硫磷、噻唑磷、磷胺、亚胺硫磷、甲拌磷、马拉硫磷、灭蚜磷、乙 丁烯酰磷、杀扑磷和速灭磷检测方法(农产品) .....	155
苯酮唑、苯醚甲环唑、环丙唑醇、西草净、噻呋灭、四克利、戊唑醇、三唑醇、咯菌腈、丙环唑、六那 唑和戊菌唑检测方法(农产品).....	162

### D

敌敌畏和敌百虫检测方法.....	165
啶虫丙醚检测方法(农产品).....	168
啶酰菌胺检测方法(农产品).....	171

## 目 录

啶酰菌胺检测方法(畜产品) ..... 174

### F

氟丙菊酯、三氟氯氰菊酯、氟氯氰菊酯、氯氰菊酯、溴氰菊酯及四溴菊酯、联苯菊酯、除虫菊酯、  
氰戊菊酯、氟氰戊菊酯、氟胺氰菊酯和氯菊酯检测方法(农产品) ..... 178  
氟唑虫清和甲羧除草醚检测方法(农产品) ..... 182

### J

甲草胺、异丙威、亚胺菌、乙霉威、异丁草胺、吡螨胺、多效唑、双苯三唑醇、蚊蝇醚、嘧草醚、  
氯苯嘧啶醇、丁草胺、氟酰胺、丙草胺、异丙甲草胺、苯噻草胺、咪路菌和环草定检测方法  
(农产品) ..... 184

### K

抗生素残留检测方法(畜产品、水产品) ..... 188  
孔雀石绿检测方法(农产品) ..... 192

### L

联苯肼酯检测方法(农产品) ..... 194  
联苯肼酯检测方法(畜产品) ..... 196  
六六六、林丹、滴滴涕、艾氏剂和狄氏剂、丁氟消草、氯唑灵、异狄氏剂、五氯硝基苯、氯丹、三氯杀  
螨醇、狄氏剂、四氯硝基苯、四氯杀螨砜、七氟菊酯、氟乐灵、苄螨醚、甲氰菊酯、六氯苯、七氯、  
乙丁氟灵和甲氧滴滴涕检测方法(农产品) ..... 199

### M

咪唑菌酮检测方法(农产品) ..... 203  
咪唑菌酮检测方法(畜产品) ..... 205  
茉莉酸诱导体检测方法 ..... 208

### Q

氰霜唑检测方法 ..... 210

### S

双苯氟脲检测方法 ..... 213

### Y

乙虫清检测方法 ..... 215  
乙酰甲胺磷、氧化乐果和甲胺磷检测方法(农产品) ..... 217

### Z

唑虫酰胺检测方法 ..... 219  
其 他

HPLC 多种兽药等同时检测方法 I(畜产品、水产品) ..... 222  
HPLC 多种兽药等同时检测方法 II(畜产品、水产品) ..... 227  
GC-MS 农用化学品同时检测方法(农产品) ..... 231

## 目 录

---

GC-MS 农用化学品同时检测方法(畜产品、水产品) .....	242
LC-MS 农用化学品同时检测方法 I(农产品) .....	257
LC-MS 农用化学品同时检测方法 II(农产品) .....	264
附录 1 试剂 .....	270
附录 2 样品制备方法 .....	275
附录 3 农用化学品(含分析目标化合物)的中日英名称对照表 .....	276
附录 4 农用化学品(含分析目标化合物)的英日中名称对照表 .....	296

# 本书所用术语及注意事项

## 1 术语

### 1.1 分析目标化合物

本书检测方法中所分析的化合物是《食品、添加剂的规格基准(1959年日本厚生省告示第370号,以下简称“告示”)第1 食品 A 食品的一般规格成分 第六款(1)之第一栏所列“农药、饲料添加剂及兽药”(以下简称“农用化学品”的成分物质(包括这些物质的化学衍生物和化学合成物)及类似物质(如盐类的光学异构体)。

### 1.2 分析值

与“告示”规定的食品中农用化学品成分物质残留的限量(以下简称“基准值”)进行比较的检测值。

### 1.3 种子类

油籽、坚果类、可可豆及咖啡豆等。

### 1.4 测定低限

可以对检测样品中分析目标化合物进行定量的最低量或浓度。对于色谱方法,用大约  $S(\text{峰高})/N$ (基线噪声)=10 的分析目标化合物的量作为农用化学品成分物质的测定低限浓度。

### 1.5 类型

检测方法的来源。

以下为方法来源分类。

A: 官方方法:有关乳及乳制品的成分规格等的省令(1951年日本厚生省第52号令)、告示及通知中规定的方法(C类除外)。

B: 外国政府机构规定的检测方法(A类除外)。

C: 专家研讨会上制定的检测方法。

D: 引用文献中的检测方法(A、B、C类除外)。

## 2 分析中的注意事项

2.1 在使用规定的检测方法以外的方法进行检测时,其准确性、精密度及测定低限等同或高于规定的检测方法,可被认为是具有特异性的检验方法。

2.2 在求分析值时,比基准值多算一位数,然后对多算的一位数进行四舍五入。

2.3 单项检测方法中的测定低限为采用已公布方法进行实验的一般测定低限。当测定对象的残留浓度相当于残留限量浓度(《食品卫生法》第11条第3项定义为可能损害人体健康的量,包括厚生劳动大臣听取药品食品卫生审议会意见后所规定的量)使测定产生困难时,需采取相应措施,如改变检测仪器的测定条件(比如:柱的类型、柱温、流动相的流速和组成、载气的流速、质谱分析的测定方式、测定离子、电压)、增加注入仪器的试验溶液量、对试验溶液进行浓缩、进一步净化降低噪声、增加样品量等。另外,也可以探讨采用同时检测方法或已公布的其他检测方法。

## 增补部分



# 阿苯哒唑、丙氧苯咪唑、噻菌灵、氟苯哒唑及 甲苯咪唑检测方法(畜产品、水产品)

## 1 分析目标化合物

丙氧苯咪唑。

噻菌灵。

5-羟基噻菌灵(噻菌灵的代谢物)。

氟苯哒唑。

5-丙磺酰基-1H-苯并咪唑-2-胺(阿苯哒唑的代谢物)。

甲苯咪唑。

## 2 仪器、设备

带紫外分光光度检测器的高效液相色谱仪(HPLC-UV)或多波长检测器的高效液相色谱仪(HPLC-DAD)。

## 3 试剂

除下列试剂外,使用附录1所列试剂。

乙腈:液相色谱用。

四氢呋喃:液相色谱用。

水:液相色谱用。

甲醇:液相色谱用。

碳酸盐缓冲液:将900 mL 0.1 mol/L 碳酸氢钠溶液与100 mL 0.1 mol/L 碳酸钠混合(pH9.1)。

## 4 标准品

丙氧苯咪唑标准品:含丙氧苯咪唑98.0%以上,熔点为230 °C~231 °C。

噻菌灵标准品:含噻菌灵99.0%以上,熔点为304 °C~305 °C。

5-羟基噻菌灵标准品:含5-羟基噻菌灵98.0%以上,熔点为283 °C~286 °C。

甲苯咪唑标准品:含甲苯咪唑98.0%以上,熔点为289 °C。

氟苯哒唑标准品:含氟苯哒唑99.0%以上,熔点为260 °C。

5-丙磺酰基-1H-苯并咪唑-2-胺标准品:含5-丙磺酰基-1H-苯并咪唑-2-胺99.0%以上,熔点为222 °C~224 °C。

氟苯哒唑标准品:含氟苯哒唑99.9%以上,熔点为260 °C。

## 5 试验溶液的制备

### 5.1 提取方法

称取 5.0 g 样品,加入 20 mL 乙腈和 20 mL 正己烷均质后,以 3000 r/min 离心分离 10 min。将乙腈层及正己烷层移入分液漏斗中,取乙腈层。加入 10 mL 正丙醇,40 ℃以下浓缩,除去溶剂。残留物中加入 3 mL 碳酸盐缓冲液溶解。

### 5.2 净化方法

在十八烷基甲硅烷基化硅胶小柱(500 mg)中,顺次注入 5 mL 甲醇、5 mL 水和 2 mL 碳酸盐缓冲液,舍弃流出液。柱中注入 5.1 所得溶液后,注入 5 mL 水,舍弃流出液。抽干 3 min 后,柱中注入 2 mL 甲醇,溶出液为试验溶液。

## 6 标准曲线的制作

将丙氧苯咪唑、噻菌灵、5-丙磺酰基-1H-苯并咪唑-2-胺、5-羟基噻菌灵和甲苯咪唑各标准品配制成 0.05 mg/L~10 mg/L 乙腈溶液数点。

将氟苯哒唑标准品配制成 0.025 mg/L~10 mg/L 乙腈溶液数点。

分别注入 HPLC 中,用峰高法或峰面积法绘制成标准曲线。

## 7 定量试验

注入试验溶液于 HPLC 中,根据第 6 章的标准曲线,求得丙氧苯咪唑、噻菌灵、5-丙磺酰基-1H-苯并咪唑-2-胺、5-羟基噻菌灵、氟苯哒唑、甲苯咪唑的含量。

## 8 确证试验

用 LC-MS 或 LC-MS-MS 进行确证。

## 9 测定条件

### 9.1 噻菌灵、5-羟基噻菌灵和 5-丙磺酰基-1H-苯并咪唑-2-胺的测定

HPLC:

检测器:UV 或 DAD(波长:噻菌灵、5-丙磺酰基-1H-苯并咪唑-2-胺为 295 nm, 5-羟基噻菌灵为 313 nm 附近的大波长)。

柱:十八烷基甲硅烷基化硅胶,内径 2.0 mm~6.0 mm,长 100 mm~25 mm,粒径 2 μm~5 μm。

柱温:40 ℃。

流动相:乙腈 : 0.05 mol/L 乙酸铵(1 : 4)混合溶液。

保留时间:3 min~8 min。

### 9.2 丙氧苯咪唑、氟苯哒唑和甲苯咪唑的测定

HPLC:

检测器:UV 或 DAD(波长:丙氧苯咪唑为 295 nm, 氟苯哒唑和甲苯咪唑为 313 nm 附近的大波长)。

柱:十八烷基甲硅烷基化硅胶,内径 2.0 mm~6.0 mm,长 100 mm~250 mm,粒径 2 μm~5 μm。

柱温:40 ℃。

流动相:乙腈 : 0.05 mol/L 乙酸铵(2 : 3)混合溶液。

保留时间:4 min~7 min。

## 10 测定低限

丙氧苯咪唑:0.03 mg/kg。

噻菌灵:0.02 mg/kg。

5-羟基噻菌灵:0.02 mg/kg。

氟苯哒唑:0.01 mg/kg。

5-丙磺酰基-1H-苯并咪唑-2-胺:0.03 mg/kg。

甲苯咪唑:0.02 mg/kg。

## 11 注意事项

本方法用乙腈从样品中提取苯并咪唑化合物, 经过乙腈-正己烷液液分配脱脂后, 用十八烷基甲硅烷基化硅胶小柱净化, HPLC-UV 或 HPLC-DAD 测定。

## 12 参考文献

竹葉、他: 食品衛生学雑誌、第 44 卷、第 5 号、246~252 頁、2003 年(「HPLC による畜産食品中のベンズイミダゾール系寄生虫駆除剤の分析」)

## 13 类型

D。

# 氨丙啉和癸氧喹酯检测方法(畜产品、水产品)

## 1 分析目标化合物

氨丙啉。

癸氧喹酯。

## 2 仪器、设备

带紫外分光光度检测器的高效液相色谱仪(HPLC-UV)或带多波长检测器的高效液相色谱仪(HPLC-DAD)或带荧光检测器的高效液相色谱仪(HPLC-FL)。

## 3 试剂

除下列试剂外,使用附录1所列试剂。

乙腈:液相色谱用。

水:液相色谱用。

甲醇:液相色谱用。

## 4 标准品

氨丙啉标准品:含氨丙啉99.8%以上,熔点为248℃~249℃(分解)。

癸氧喹酯标准品:含癸氧喹酯99.4%以上,熔点为242℃~245℃。

## 5 试验溶液的制备

称取10.0 g样品,加入50 mL乙腈,均质后,以3000 r/min离心分离10 min。将乙腈层移入分液漏斗中,残留物加入20 mL乙腈激烈振荡混合后,重复上述离心分离操作,合并乙腈于分液漏斗中。加入70 mL正己烷,激烈振荡混合后,弃去正己烷层,乙腈层中加入10 mL正丙醇,40℃以下浓缩,除去溶剂。残留物中加入2.0 mL甲醇溶解后,过孔径为0.45 μm的滤膜,此为试验溶液。

## 6 标准曲线的制作

氨丙啉配制成浓度为0.01 mg/L~10 mg/L甲醇溶液数点。

癸氧喹酯配制成浓度为0.05 mg/L~10 mg/L三氯甲烷溶液数点。

分别注入HPLC中,用峰高法或峰面积法制成标准曲线。

## 7 定量试验

试验溶液注入HPLC中,根据第6章的标准曲线,求得氨丙啉和癸氧喹酯的含量。

## 8 确证试验

用LC-MS或LC-MS-MS进行确证。

## 9 测定条件

### 9.1 氨丙啉的测定

检测器:UV或DAD(254 nm附近的最大波长)。

柱:十八烷基甲硅烷基化硅胶,内径2.0 mm~6.0 mm,长100 mm~250 mm,粒径2 μm~5 μm。