

1 主题内容与适用范围

本标准规定了出口水果中双甲胍残留量的抽样、制样和气相色谱测定方法。

本标准适用于出口柑桔中双甲胍(及代谢物)残留量的测定。

2抽样和制样

2.1 检验批

以不超过1500件为一检验批。

同一检验批的商品应具有相同的特征，如包装、标记、产地、规格、等级等。

2.2 抽样数量

批量，件	最低抽样数，件
1～25	1
26～100	5
101～250	10
251～1500	15

2.3 抽样方法

按2.2规定的抽样件数随机抽取，逐件开启。每件至少取500g作为原始样品，原始样品的总量不得少于2kg。加封后，标明标记，及时送实验室。

2.4 试样制备

将所取原始样品缩分出1kg，取可食部分，经组织捣碎机捣碎，均分成二份，装入洁净容器内，作为试样，密封，并标明标记。

2.5 试样保存

将试样于-18℃以下冷冻保存。

注：在抽样和制样的操作过程中，必须防止样品受到污染或发生残留物含量的变化。

3 测定方法

3.1 方法提要

试样中双甲胍(及代谢物)水解成2，4—二甲基苯胺，正己烷提取，酸、碱反复液—液分配净化。用七氟丁酸酐将2，4—二甲基苯胺衍生成2，4—二甲苯七氟丁酰胺，用配有电子俘获检测器的气相色谱仪测定，外标法定量。

3.2试剂和材料

除注明外，所用试剂均为分析纯，水为蒸馏水。

3.2.1 正己烷：优级纯。

3.2.2七氟丁酸酐。

3.2.3 碳酸氢钠溶液：饱和水溶液。

3.2.4 氢氧化钠溶液：10mol／L和1.0mol／L氢氧化钠水溶液。

3.2.5 盐酸溶液：0.1 mol／L和2.0mol/L的盐酸水溶液。

3.2.6 2，4—二甲基苯胺(含量≥98％)标准溶液：

用正己烷将2，4—二甲基苯胺标准品配成1.00mg／mL的标准储备溶液，根据需要用正己烷配成适当浓度的标准工作溶液。

3.3仪器和设备

3.3.1 气相色谱仪：配有电子俘获检测器。

3.3.2 组织捣碎机。

3.3.3 移液管：5 mL。

3.3.4 多功能微量样品处理仪及配件(或相当装置)。

3.3.5 微量注射器：10 μL。

3.3.6 具塞比色管：10mL。

3.4 测定步骤

3.4.1 水解、提取、净化

称取约2 g(精确至0.01 g)捣碎混匀的试样于20 mL具塞离心管中，加入5 mL盐酸溶液(2.0mol／L)于混匀器上混匀，在120℃的微量样品处理仪或相当装置上回流2h。冷却至室温后，加入3mL氢氧化钠溶液(10 mol／L)。冷却后，用3×3 mL的正己烷在混匀器上提取3次，每次于3 000r／min离心2min。将正己烷相用尖头吸管移入另一20mL离心管中，然后用3×1mL盐酸溶液(0.1 mol／L)在混匀器上提取正己烷3次，每次于3 000r／min离心1min。将酸相移入另一20mL离心管中，再用3×3mL正己烷在混匀器上洗涤酸相，每次于3 000r／min离心1min，弃去正己烷相。加入1mL氢氧化钠溶液(1.0mol／L)，混匀，用2×2mL和1mL正己烷在混匀器上提取水相3次，每次于3 000r／min离心2min。将正己烷相移入10mL具塞比色管中，并用正己烷定容至5mL。

注：每次提取时间不得少于1min。

3.4.2 衍生化

于上述正己烷溶液中加入10μL七氟丁酸酐，盖上塞。混匀后，于50℃的微量样品处理仪或相当装置上反应1 h。冷却至室温，加入3mL饱和碳酸氢钠溶液，混匀1min。分层后取有机相供测定。

3.4.3 测定

3.4.3.1 色谱条件

- a. 色谱柱：SE—30，0.5μm，20m×0.53mm(i.d)熔融石英毛细管柱；
- b. 色谱柱温度：135℃；
- c. 进样口温度：250℃；
- d. 检测器温度：300℃；
- e. 载气：氮气(≥99.99％)；柱流量：25mL／min；尾吹气流量：40mL／min；
- f. 进样方式：直接进样，不分流。

3.4.3.2 色谱测定

根据样液中2，4—二甲基苯胺浓度，选定峰高相近的2，4—二甲基苯胺标准工作溶液。标准工作溶液和样液中2，4—二甲苯七氟丁酰胺的响应值均应在仪器检测线性范围内。取标准工作溶液5mL按3.4.2进行衍生化。标准工作溶液和样液等体积参插进样测定。在上述色谱条件下，2，4—二甲苯七氟丁酰胺的保留时间约为3.3min。

3.4.4 空白试验

除不加试样外，按上述测定步骤进行。

3.5 结果计算与表述

用色谱数据处理机或按下式计算试样中双甲胍残留量：

$$X=\frac{h\cdot c\cdot v\times1.21}{h_s\cdot m}$$

式中：X—试样中双甲胍残留量，mg/kg；

h—样液中2，4—二甲苯七氟丁酰胺的峰高，mm；

h<sub>s</sub>—标准工作溶液中2，4—二甲苯七氟丁酰胺的峰高，mm；

c—标准工作溶液中2，4—二甲基苯胺的浓度，μg／mL；

V—样液最终定容的体积，mL；

m—称取试样量，g；

1.21—2，4—二甲基苯胺计算成双甲胍的校正系数。

注：计算结果需扣除空白值。

4 测定低限和回收率

4.1 测定低限

本方法测定低限为0.1 mg／kg。

4.2 回收率

回收率实验数据：双甲胍添加浓度在0.1～1.25mg／kg范围内，回收率为80％～105％。

附加说明：

本标准由中华人民共和国国家进出口商品检验局提出。

本标准由中华人民共和国湖南进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人戴华、黄志强、袁智能。