

# 中华人民共和国国家标准

GB/T 21037—2024

代替 GB/T 21037—2007

## 饲料中二甲氧苄氨嘧啶、三甲氧苄氨嘧啶和 二甲氧甲基苄氨嘧啶的测定

Determination of diaveridine, trimethoprim and ormetoprim in feeds

2024-03-15 发布

2024-10-01 实施

国家市场监督管理总局  
国家标准化管理委员会

发布

# 前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 GB/T 21037—2007《饲料中三甲氧苄氨嘧啶的测定 高效液相色谱法》，与 GB/T 21037—2007 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 增加了二甲氧苄氨嘧啶和二甲氧甲基苄氨嘧啶的测定方法(见第 1 章)；
- b) 适用范围中增加了精料补充料和动物源性饲料原料(见第 1 章)；
- c) 更改了检出限和定量限(见第 1 章,2007 年版的第 1 章)；
- d) 增加了液相色谱-串联质谱法(见第 4 章)；
- e) 更改了原理(见 5.1,2007 年版的第 3 章)；
- f) 更改了试验步骤(见 5.5,2007 年版的第 7 章)；
- g) 更改了精密度(见 5.7,2007 年版的第 9 章)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国饲料工业标准化技术委员会(SAC/TC 76)提出并归口。

本文件起草单位：四川威尔检测技术股份有限公司、山东省畜产品质量安全中心、通威农业发展有限公司。

本文件主要起草人：张凤枰、王鑫、李俊玲、唐华英、孙延军、杜雪莉、杨发树、张璐。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 2007 年首次发布为 GB/T 21037—2007；
- 本次为第一次修订。



# 饲料中二甲氧苄氨嘧啶、三甲氧苄氨嘧啶和二甲氧甲基苄氨嘧啶的测定

## 1 范围

本文件描述了饲料中二甲氧苄氨嘧啶、三甲氧苄氨嘧啶和二甲氧甲基苄氨嘧啶的液相色谱-串联质谱和高效液相色谱测定方法。

本文件适用于配合饲料、浓缩饲料、精料补充料、添加剂预混合饲料和动物源性饲料原料中二甲氧苄氨嘧啶、三甲氧苄氨嘧啶和二甲氧甲基苄氨嘧啶的测定。

本文件液相色谱-串联质谱法的检出限为 2.5  $\mu\text{g/kg}$ ,定量限为 5.0  $\mu\text{g/kg}$ ;高效液相色谱法的检出限为 0.25  $\text{mg/kg}$ ,定量限为 0.50  $\text{mg/kg}$ 。

## 2 规范性引用文件



下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 20195 动物饲料 试样的制备

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 液相色谱-串联质谱法(仲裁法)

### 4.1 原理

试样中的待测物在弱碱性条件下用乙酸乙酯提取、正己烷脱脂,混合型强阳离子交换小柱净化,液相色谱-串联质谱仪测定,内标法定量。

### 4.2 试剂或材料

除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

- 4.2.1 水:GB/T 6682,一级。
- 4.2.2 甲醇:色谱纯。
- 4.2.3 乙腈:色谱纯。
- 4.2.4 甲酸:色谱纯。
- 4.2.5 乙酸铵:色谱纯。
- 4.2.6 氨水。

4.2.7 乙酸乙酯。

4.2.8 乙酸钠溶液(82 g/L):称取 8.2 g 乙酸钠,用水溶解,转移至 100 mL 容量瓶中,定容,混匀。

4.2.9 5%乙酸溶液:移取 5 mL 冰乙酸于 100 mL 容量瓶中,用水稀释、定容,混匀。

4.2.10 1%乙酸-乙腈溶液:移取 1 mL 冰乙酸于 100 mL 容量瓶中,用乙腈(4.2.3)稀释、定容,混匀。

4.2.11 乙腈-5%乙酸溶液:移取 10 mL 乙腈(4.2.3)于 100 mL 容量瓶中,用 5%乙酸溶液(4.2.9)稀释、定容,混匀。

4.2.12 正己烷乙腈饱和溶液:量取 80 mL 正己烷于 100 mL 分液漏斗中,加入 10 mL 乙腈(4.2.3)后,剧烈振摇 5 min,静置分层后,弃去乙腈层。

4.2.13 8%氨水-甲醇溶液:量取 50 mL 甲醇(4.2.2)于 100 mL 容量瓶中,再加入 8 mL 氨水(4.2.6),用甲醇稀释、定容,混匀。

4.2.14 0.2%甲酸溶液:量取 500 mL 水于 1 000 mL 容量瓶中,加入 2 mL 甲酸(4.2.4),用水稀释、定容,混匀。

4.2.15 乙酸铵-0.2%甲酸溶液:称取 0.154 g 乙酸铵(4.2.5),用 0.2%甲酸溶液(4.2.14)溶解,转移至 1 000 mL 容量瓶,定容,混匀。

4.2.16 复溶液:移取 150 mL 乙腈(4.2.3)于 1 000 mL 容量瓶中,用乙酸铵-0.2%甲酸溶液(4.2.15)定容,混匀。

4.2.17 标准储备溶液(1 mg/mL):称取二甲氧苄氨嘧啶(CAS:5355-16-8,纯度不低于 98%)、三甲氧苄氨嘧啶(CAS:738-70-5,纯度不低于 98%)和二甲氧甲基苄氨嘧啶(CAS:6981-18-6,纯度不低于 98%)标准品各 10 mg(精确至 0.01 mg),分别置于 10 mL 容量瓶中,用 1%乙酸-乙腈溶液(4.2.10)溶解、定容,混匀。—18 °C 以下贮存,有效期 6 个月。

4.2.18 混合标准中间溶液 I (10 µg/mL):分别准确移取二甲氧苄氨嘧啶、三甲氧苄氨嘧啶和二甲氧甲基苄氨嘧啶标准储备溶液(4.2.17)各 1 mL 于 100 mL 容量瓶中,用 1%乙酸-乙腈溶液(4.2.10)稀释、定容,混匀。—18 °C 以下贮存,有效期 3 个月。

4.2.19 混合标准中间溶液 II (1 µg/mL):准确移取 1 mL 混合标准中间溶液 I (4.2.18)于 10 mL 容量瓶中,用 1%乙酸-乙腈溶液(4.2.10)稀释、定容,混匀。临用现配。

4.2.20 内标标准储备溶液(1 mg/mL):称取 d<sub>9</sub>-三甲氧苄氨嘧啶(CAS:1189460-62-5,纯度不低于 98%)标准品 10 mg(精确至 0.01 mg)于 10 mL 容量瓶中,用 1%乙酸-乙腈溶液(4.2.10)溶解、定容,混匀。—18 °C 以下贮存,有效期 6 个月。

4.2.21 内标中间溶液(10 µg/mL):准确移取 1 mL 内标标准储备溶液(4.2.20)于 100 mL 容量瓶中,用 1%乙酸-乙腈溶液(4.2.10)稀释、定容,混匀。—18 °C 以下贮存,有效期 3 个月。

4.2.22 内标工作溶液(1 µg/mL):准确移取 1 mL 内标中间溶液(4.2.21)于 10 mL 容量瓶中,用 1%乙酸-乙腈溶液(4.2.10)稀释、定容,混匀。临用现配。

4.2.23 混合标准系列溶液:准确移取适量体积的混合标准中间溶液 II (4.2.19)及 100 µL 内标工作溶液(4.2.22)于 10 mL 容量瓶中,用复溶液(4.2.16)稀释、定容,混匀,配制质量浓度分别为 0.5 ng/mL、1.0 ng/mL、2.0 ng/mL、10.0 ng/mL、50.0 ng/mL、100.0 ng/mL 和内标质量浓度均为 10 ng/mL 的混合标准系列溶液。临用现配。

4.2.24 混合型强阳离子交换小柱:60 mg/3 mL,或性能相当者。

4.2.25 微孔滤膜:0.22 µm,有机系。

### 4.3 仪器设备

4.3.1 液相色谱-串联质谱仪:带电喷雾离子源(ESI)。



- 4.3.2 分析天平:精度为 0.1 mg、0.01 mg。
- 4.3.3 涡旋混合器。
- 4.3.4 冷冻离心机:转速不低于 10 000 r/min。
- 4.3.5 超声波清洗器。
- 4.3.6 固相萃取装置。
- 4.3.7 氮吹仪。

4.4 样品

按照 GB/T 20195 规定制备试样,至少 200 g,粉碎使其全部过 0.425 mm 试验筛,混合均匀,装入密闭容器中,备用。

4.5 试验步骤

4.5.1 提取

平行做 2 份试验。称取试样约 2 g(精确至 0.1 mg),置于 50 mL 离心管中,加入 100  $\mu$ L 内标工作溶液(4.2.22)、10 mL 乙酸钠溶液(4.2.8)和 0.5 mL 氨水(4.2.6),涡旋混合 2 min,准确加入 10 mL 乙酸乙酯(4.2.7),涡旋混合 2 min,超声提取 10 min(5 min 涡旋混合 1 次),于 4  $^{\circ}$ C 下 10 000 r/min 离心 5 min,移取上层有机相至另一 50 mL 离心管中。再准确加入 10 mL 乙酸乙酯(4.2.7)重复提取 1 次,合并有机相,混匀。准确移取 2 mL 有机相,50  $^{\circ}$ C 下氮气吹至近干,加入 3 mL 乙腈-5%乙酸溶液(4.2.11)溶解残渣,涡旋混合 30 s,再加入 3 mL 正己烷乙腈饱和溶液(4.2.12),涡旋混合 30 s,于 4  $^{\circ}$ C 下 10 000 r/min 离心 5 min,弃去上层正己烷溶液,取全部下层溶液,备用。

注:若提取液乳化严重,弃去上层正己烷溶液后,用 3 mL 正己烷乙腈饱和溶液(4.2.12)重复脱脂。

4.5.2 净化

混合型强阳离子交换小柱依次用 3 mL 甲醇(4.2.2)、3 mL 乙腈-5%乙酸溶液(4.2.11)活化,取备用液(4.5.1)全部过柱。分别用 3 mL 乙腈-5%乙酸溶液(4.2.11)、3 mL 甲醇(4.2.2)淋洗,抽干后加入 5 mL 8%氨水-甲醇溶液(4.2.13)洗脱,收集洗脱液,50  $^{\circ}$ C 下氮气吹至近干,准确加入 1 mL 复溶液(4.2.16),涡旋混合 30 s,过微孔滤膜(4.2.25),滤液待测。

4.5.3 测定

4.5.3.1 液相色谱参考条件

液相色谱参考条件如下:

- a) 色谱柱: $C_{18}$  柱,柱长 50 mm,内径 2.1 mm,粒径 1.8  $\mu$ m,或性能相当者;
- b) 柱温:35  $^{\circ}$ C;
- c) 流速:0.3 mL/min;
- d) 进样量:3  $\mu$ L;
- e) 流动相:A 相为乙腈(4.2.3),B 相为乙酸铵-0.2%甲酸溶液(4.2.15),梯度洗脱程序见表 1。

表 1 梯度洗脱程序

时间/min	A 相/%	B 相/%
0.00	15	85
2.00	15	85
5.00	30	70
5.10	100	0
6.00	100	0
6.10	15	85
7.00	15	85

4.5.3.2 质谱参考条件

质谱参考条件如下：

- a) 电离方式：电喷雾电离，正离子模式( $\text{ESI}^+$ )；
- b) 检测方式：多反应监测(MRM)；
- c) 毛细管电压：4.0 kV；
- d) 离子源温度：350 ℃；
- e) 脱溶剂气温度：300 ℃；
- f) 脱溶剂气流速：7 L/min。

多反应监测(MRM)定性离子对、定量离子对及碰撞能量见表 2。

表 2 多反应监测(MRM)离子对、碰撞能量参考值

待测物名称	定性离子对 $m/z$	定量离子对 $m/z$	碰撞能量 eV
二甲氧苄氨嘧啶	261.2>245.0	261.2>245.0	30
	261.2>123.3		25
三甲氧苄氨嘧啶	291.3>230.2	291.3>230.2	25
	291.3>261.0		30
二甲氧甲基苄氨嘧啶	275.4>259.3	275.4>259.3	30
	275.4>123.3		25
$\text{d}_9$ -三甲氧苄氨嘧啶	300.2>234.0	300.2>234.0	25

4.5.3.3 混合标准系列溶液和试样溶液测定

在仪器的最佳条件下，分别取混合标准系列溶液(4.2.23)和试样溶液(4.5.2)上机测定。混合标准溶液中二甲氧苄氨嘧啶、三甲氧苄氨嘧啶、二甲氧甲基苄氨嘧啶和  $\text{d}_9$ -三甲氧苄氨嘧啶的定量离子色谱图见附录 A。

4.5.3.4 定性

在相同试验条件下，试样溶液中待测物的保留时间应与标准系列溶液(浓度相当)中待测物的保留

时间一致,其相对偏差在±2.5%之内。根据表 2 选择的定性离子对,比较试样谱图中待测物监测离子对的相对离子丰度与浓度接近的标准系列溶液中对应的监测离子对的相对离子丰度,若偏差不超过表 3 规定的范围,则可判定为样品中存在对应的待测物。

表 3 定性测定时相对离子丰度的最大允许偏差

相对离子丰度	>50%	>20%~50%	>10%~20%	≤10%
最大允许偏差	±20%	±25%	±30%	±50%

4.5.3.5 定量

以标准溶液中待测组分的峰面积和内标峰面积的比值为纵坐标,以标准溶液中待测组分的质量浓度和内标质量浓度的比值为横坐标,绘制标准曲线,标准曲线的相关系数应不低于 0.99。试样溶液与标准溶液中待测物的响应值均应在仪器检测的线性范围内,如超出线性范围,应重新测定。单点校准定量时,试样溶液中待测组分质量浓度与标准溶液质量浓度相差不超过 30%。

4.6 试验数据处理

试样中二甲氧苄氨嘧啶、三甲氧苄氨嘧啶、二甲氧甲基苄氨嘧啶含量以质量分数  $w_i$  计,数值以微克每千克( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )表示。多点校准按公式(1)计算;单点校准按公式(2)计算:


$$w_i = \frac{\rho \times V_1 \times V_3 \times 1\,000}{V_2 \times m \times 1\,000} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- $\rho$  ——由标准曲线得到的试样溶液中待测物质量浓度,单位为纳克每毫升( $\text{ng}/\text{mL}$ );
- $V_1$  ——试样提取用乙酸乙酯总体积,单位为毫升( $\text{mL}$ );
- $V_3$  ——净化、氮气吹至近干后复溶试样溶液定容体积,单位为毫升( $\text{mL}$ );
- $V_2$  ——净化用试样提取溶液体积,单位为毫升( $\text{mL}$ );
- $m$  ——试样质量,单位为克( $\text{g}$ );
- 1 000 ——换算系数。

$$w_i = \frac{A \times A_{si} \times \rho_s \times \rho_i \times V_1 \times V_3 \times 1\,000}{A_s \times A_i \times \rho_{si} \times V_2 \times m \times 1\,000} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- $A$  ——试样溶液待测物色谱峰面积;
- $A_{si}$  ——标准溶液内标物色谱峰面积;
- $\rho_s$  ——标准溶液待测物的质量浓度,单位为纳克每毫升( $\text{ng}/\text{mL}$ );
- $\rho_i$  ——试样溶液内标物的质量浓度,单位为纳克每毫升( $\text{ng}/\text{mL}$ );
- $V_1$  ——试样提取用乙酸乙酯总体积,单位为毫升( $\text{mL}$ );
- $V_3$  ——净化、氮气吹至近干后复溶试样溶液定容体积,单位为毫升( $\text{mL}$ );
- $A_s$  ——标准溶液待测物色谱峰面积;
- $A_i$  ——试样溶液内标物的色谱峰面积;
- $\rho_{si}$   ——标准溶液内标物的质量浓度,单位为纳克每毫升( $\text{ng}/\text{mL}$ );
- $V_2$  ——净化用试样提取溶液体积,单位为毫升( $\text{mL}$ );
- $m$  ——试样质量,单位为克( $\text{g}$ );
- 1 000 ——换算系数。

测定结果以平行测定的算术平均值表示,保留 3 位有效数字。



4.7 精密度

在重复性条件下,2次独立测定结果与其算术平均值的绝对差值不大于该算术平均值的15%。

5 高效液相色谱法

5.1 原理

试样中的待测物在弱碱性条件下用乙酸乙酯提取、正己烷脱脂,混合型强阳离子交换小柱净化,高效液相色谱仪测定,外标法定量。

5.2 试剂或材料

除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

- 5.2.1 水:GB/T 6682,一级。
- 5.2.2 甲醇:色谱纯。
- 5.2.3 乙腈:色谱纯。
- 5.2.4 氨水。
- 5.2.5 乙酸乙酯。
- 5.2.6 乙酸钠溶液(82 g/L):称取 8.2 g 乙酸钠,用水溶解,转移至 100 mL 容量瓶中,定容,混匀。
- 5.2.7 5%乙酸溶液:移取 5 mL 冰乙酸于 100 mL 容量瓶中,用水稀释、定容,混匀。
- 5.2.8 1%乙酸溶液:移取 10 mL 冰乙酸于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释、定容,混匀。
- 5.2.9 乙腈-5%乙酸溶液:移取 10 mL 乙腈(5.2.3)于 100 mL 容量瓶中,用 5%乙酸溶液(5.2.7)稀释、定容,混匀。
- 5.2.10 正己烷乙腈饱和溶液:量取 80 mL 正己烷于 100 mL 分液漏斗中,加入 10 mL 乙腈(5.2.3),剧烈振摇,静置分层后,弃去乙腈层。
- 5.2.11 8%氨水甲醇溶液:量取 50 mL 甲醇(5.2.2)于 100 mL 容量瓶中,再加入 8 mL 氨水(5.2.4),用甲醇稀释、定容,混匀。
- 5.2.12 磷酸二氢钾溶液(0.05 mol/L):准确称取 6.80 g 磷酸二氢钾于 1 000 mL 容量瓶中,用水溶解、定容,混匀。
- 5.2.13 标准储备溶液(1 mg/mL):称取二甲氧苄氨嘧啶(CAS:5355-16-8,纯度不低于 98%)、三甲氧苄氨嘧啶(CAS:738-70-5,纯度不低于 98%)、二甲氧甲基苄氨嘧啶(CAS:6981-18-6,纯度不低于 98%)标准品各 10 mg(精确至 0.01 mg),分别置于 10 mL 容量瓶中,用 1%乙酸溶液(5.2.8)溶解、定容,混匀。2℃~8℃贮存,有效期 3 个月。
- 5.2.14 混合标准中间溶液(20 μg/mL):分别准确移取二甲氧苄氨嘧啶、三甲氧苄氨嘧啶、二甲氧甲基苄氨嘧啶标准储备溶液(5.2.13)各 1 mL 于 50 mL 容量瓶中,用 1%乙酸溶液(5.2.8)稀释、定容,混匀。临用现配。
- 5.2.15 混合标准系列溶液:准确移取适量混合标准中间溶液(5.2.14)于 10 mL 容量瓶中,用 1%乙酸溶液(5.2.8)稀释、定容,混匀,配制成质量浓度分别为 0.1 μg/mL、0.2 μg/mL、1.0 μg/mL、2.0 μg/mL、5.0 μg/mL 和 10.0 μg/mL 的混合标准系列溶液。临用现配。
- 5.2.16 混合型强阳离子交换小柱:60 mg/3 mL,或性能相当者。
- 5.2.17 微孔滤膜:0.45 μm,水系。

5.3 仪器设备

- 5.3.1 高效液相色谱仪:配紫外检测器或二极管阵列检测器。



- 5.3.2 分析天平:精度为 0.1 mg 和 0.01 mg。
- 5.3.3 涡旋混合器。
- 5.3.4 冷冻离心机:转速不低于 10 000 r/min。
- 5.3.5 超声波清洗器。
- 5.3.6 固相萃取装置。
- 5.3.7 氮吹仪。

## 5.4 样品

同 4.4。

## 5.5 试验步骤

### 5.5.1 提取

平行做 2 份试验。称取试样约 2 g(精确至 0.1 mg),置于 50 mL 离心管中,加入 10 mL 乙酸钠溶液(5.2.6)、0.5 mL 氨水(5.2.4),涡旋混合 2 min,准确加入 10 mL 乙酸乙酯(5.2.5),涡旋混合 2 min,超声提取 10 min(5 min 涡旋混合 1 次),于 4 ℃下 10 000 r/min 离心 5 min,上层有机相移至另一 50 mL 离心管中,再准确加入 10 mL 乙酸乙酯(5.2.5)重复提取 1 次,合并有机相,混匀。准确移取 10 mL 有机相,50 ℃下氮气吹至近干,加入 6 mL 乙腈-5%乙酸溶液(5.2.9),涡旋混合 30 s,再加入 6 mL 正己烷乙腈饱和溶液(5.2.10),涡旋混合 30 s,于 4 ℃下 10 000 r/min 离心 5 min,弃去上层正己烷溶液,取全部下层溶液,备用。

注:若提取液乳化严重,弃去上层正己烷溶液后,用 6 mL 正己烷乙腈饱和溶液(5.2.10)重复脱脂。

### 5.5.2 净化

混合型强阳离子交换小柱依次用 3 mL 甲醇(5.2.2)、3 mL 乙腈-5%乙酸溶液(5.2.9)活化,准确加入 3 mL 备用液(5.5.1)过柱。分别用 3 mL 乙腈-5%乙酸溶液(5.2.9)、3 mL 甲醇(5.2.2)淋洗,抽干后加入 5 mL 8%氨水甲醇溶液(5.2.11)洗脱,收集洗脱液,50 ℃下氮气吹至近干,准确加入 1 mL 1%乙酸溶液(5.2.8),涡旋混合 30 s,用微孔滤膜(5.2.17)过滤,滤液待测。

### 5.5.3 高效液相色谱参考条件

高效液相色谱参考条件如下:

- a) 色谱柱: $C_{18}$ 柱,柱长 250 mm,内径 4.6 mm,粒径 5  $\mu$ m,或性能相当者;
- b) 流动相:甲醇(5.2.2)+磷酸二氢钾溶液(5.2.12)=25+75;
- c) 柱温:30 ℃;
- d) 流速:1.0 mL/min;
- e) 检测波长:230 nm;
- f) 进样体积:20  $\mu$ L。

### 5.5.4 测定

#### 5.5.4.1 混合标准系列溶液和试样溶液的测定

在仪器的最佳条件下,分别取混合标准系列溶液(5.2.15)和试样溶液(5.5.2)上机测定。二甲氧苄氨嘧啶、三甲氧苄氨嘧啶和二甲氧甲基苄氨嘧啶标准溶液的高效液相色谱图见附录 B。

#### 5.5.4.2 定性

以保留时间定性,试样溶液中二甲氧苄氨嘧啶、三甲氧苄氨嘧啶、二甲氧甲基苄氨嘧啶保留时间应

与标准系列溶液(浓度相当)中二甲氧苄氨嘧啶、三甲氧苄氨嘧啶、二甲氧甲基苄氨嘧啶的保留时间一致,其相对偏差在±2.5%之内。

5.5.4.3 定量

以二甲氧苄氨嘧啶、三甲氧苄氨嘧啶、二甲氧甲基苄氨嘧啶的质量浓度为横坐标,色谱峰面积(响应值)为纵坐标,绘制标准曲线,其相关系数应不低于 0.99。试样溶液中待测物的质量浓度应在标准曲线的线性范围内。如超出范围,应将试样溶液用 1%乙酸溶液(5.2.8)稀释后,重新测定。单点校准定量时,试样溶液中待测物的质量浓度与标准溶液的质量浓度相差不超过 30%。

5.6 试验数据处理

试样中二甲氧苄氨嘧啶、三甲氧苄氨嘧啶和二甲氧甲基苄氨嘧啶含量以质量分数  $w_i$  计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示。多点校准按公式(3)计算;单点校准按公式(4)计算:

$$w_i = \frac{\rho \times V_1 \times V_3 \times V_5 \times 1\,000}{V_2 \times V_4 \times m \times 1\,000} \times f \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- $\rho$  ——由标准曲线得到的试样溶液中待测物质量浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );
- $V_1$  ——试样提取用乙酸乙酯总体积,单位为毫升(mL);
- $V_3$  ——净化前复溶后试样溶液体积,单位为毫升(mL);
- $V_5$  ——净化、氮气吹至近干后复溶后试样溶液体积,单位为毫升(mL);
- $V_2$  ——移取上清液体积,单位为毫升(mL);
- $V_4$  ——净化用备用液体积,单位为毫升(mL);
- $m$  ——试样质量,单位为克(g);
- $f$  ——稀释倍数;
- 1 000 ——换算系数。

$$w_i = \frac{A \times V_1 \times V_3 \times V_5 \times \rho_s \times 1\,000}{A_s \times V_2 \times V_4 \times m \times 1\,000} \times f \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- $A$  ——试样溶液的待测物色谱峰面积;
- $V_1$  ——试样提取用乙酸乙酯总体积,单位为毫升(mL);
- $V_3$  ——净化前复溶后试样溶液体积,单位为毫升(mL);
- $V_5$  ——净化、氮气吹至近干后复溶后试样溶液体积,单位为毫升(mL);
- $\rho_s$  ——标准溶液中待测物的质量浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );
- $A_s$  ——标准溶液待测物色谱峰面积;
- $V_2$  ——移取上清液体积,单位为毫升(mL);
- $V_4$  ——净化用备用液体积,单位为毫升(mL);
- $m$  ——试样质量,单位为克(g);
- $f$  ——稀释倍数;
- 1 000 ——换算系数。

测定结果用平行测定的算术平均值表示,保留 3 位有效数字。

5.7 精密度

在重复性条件下,2 次独立测定结果与其算术平均值的绝对差值不超过该算术平均值的 10%。

附 录 A  
(资料性)

二甲氧苄氨嘧啶、三甲氧苄氨嘧啶、二甲氧甲基苄氨嘧啶和 d<sub>9</sub>-三甲氧苄氨嘧啶标准溶液  
定量离子色谱图

二甲氧苄氨嘧啶、三甲氧苄氨嘧啶、二甲氧甲基苄氨嘧啶和 d<sub>9</sub>-三甲氧苄氨嘧啶标准溶液的定量离子色谱图见图 A.1～图 A.4。

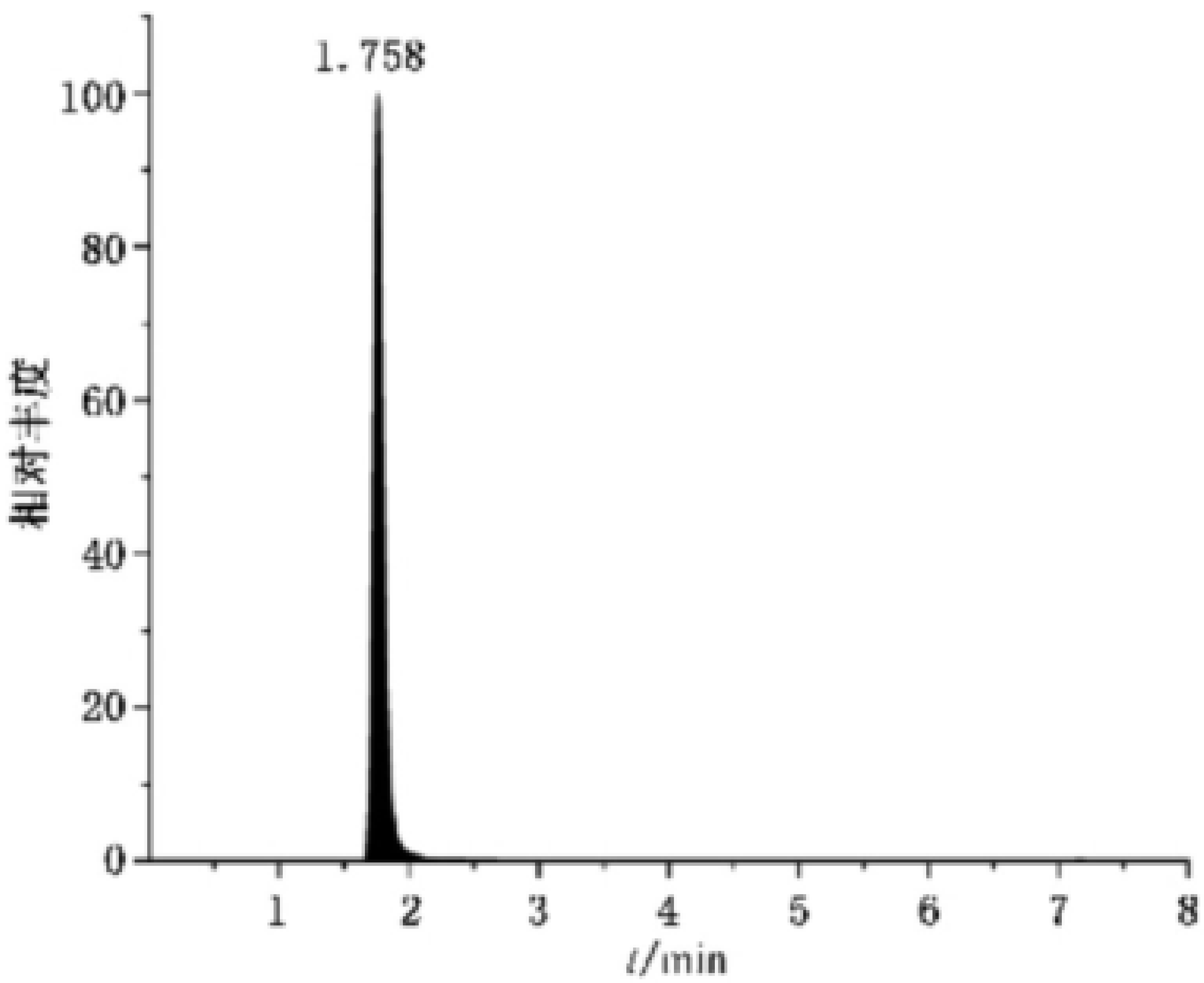


图 A.1 二甲氧苄氨嘧啶标准溶液(1 ng/mL)定量离子色谱图

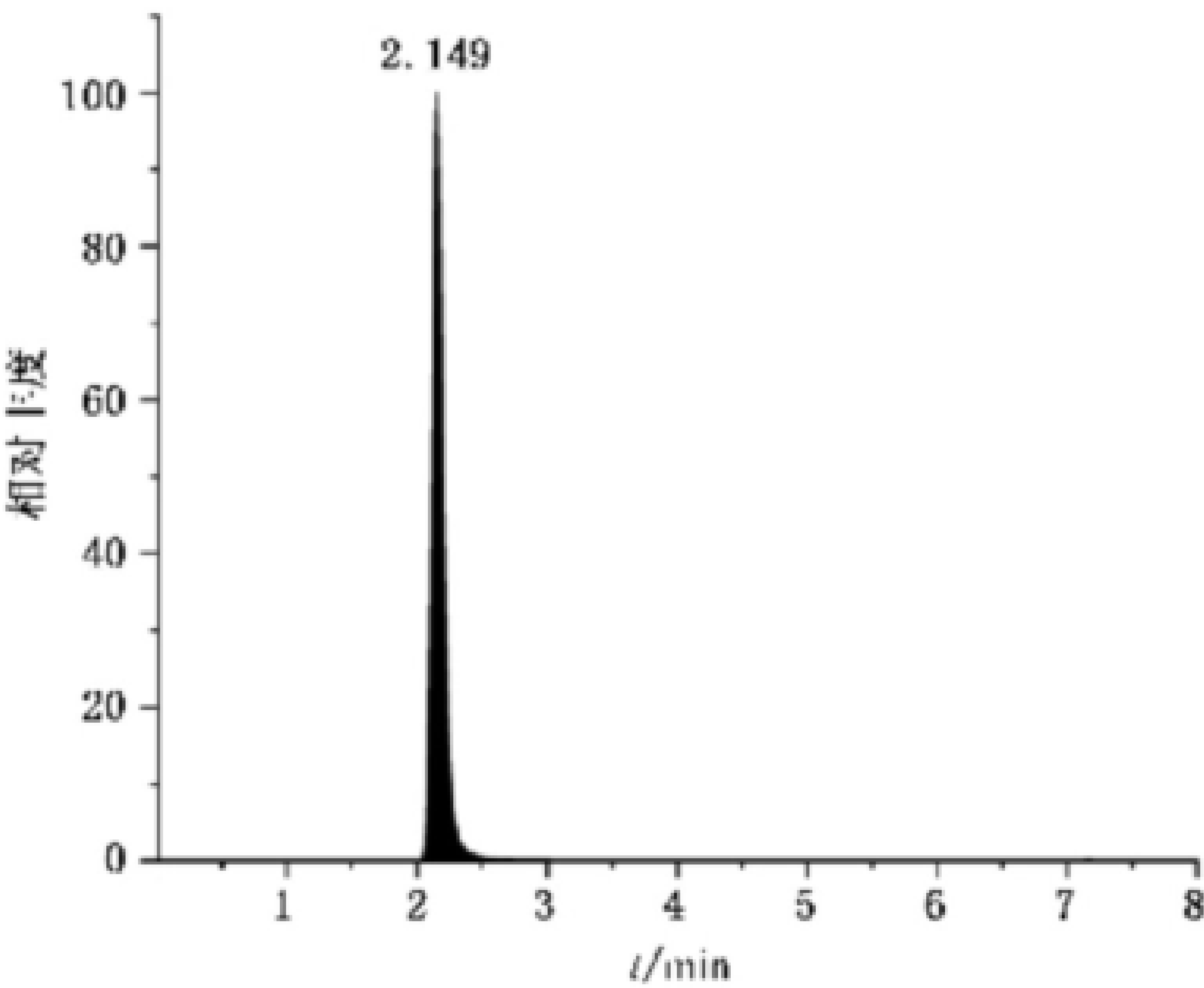


图 A.2 三甲氧苄氨嘧啶标准溶液(1 ng/mL)定量离子色谱图



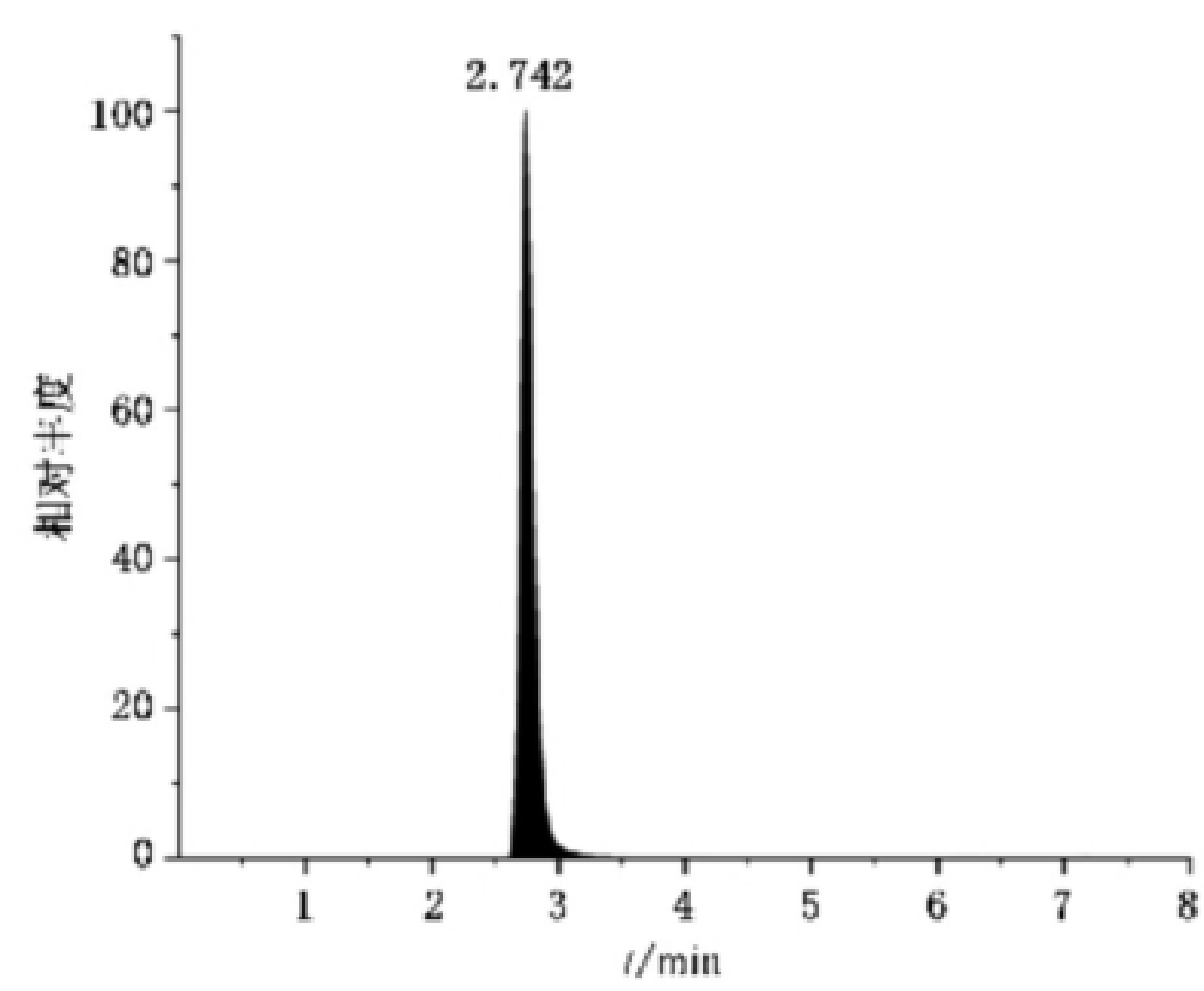


图 A.3 二甲氧甲基苄氨啉标准溶液(1 ng/mL)定量离子色谱图

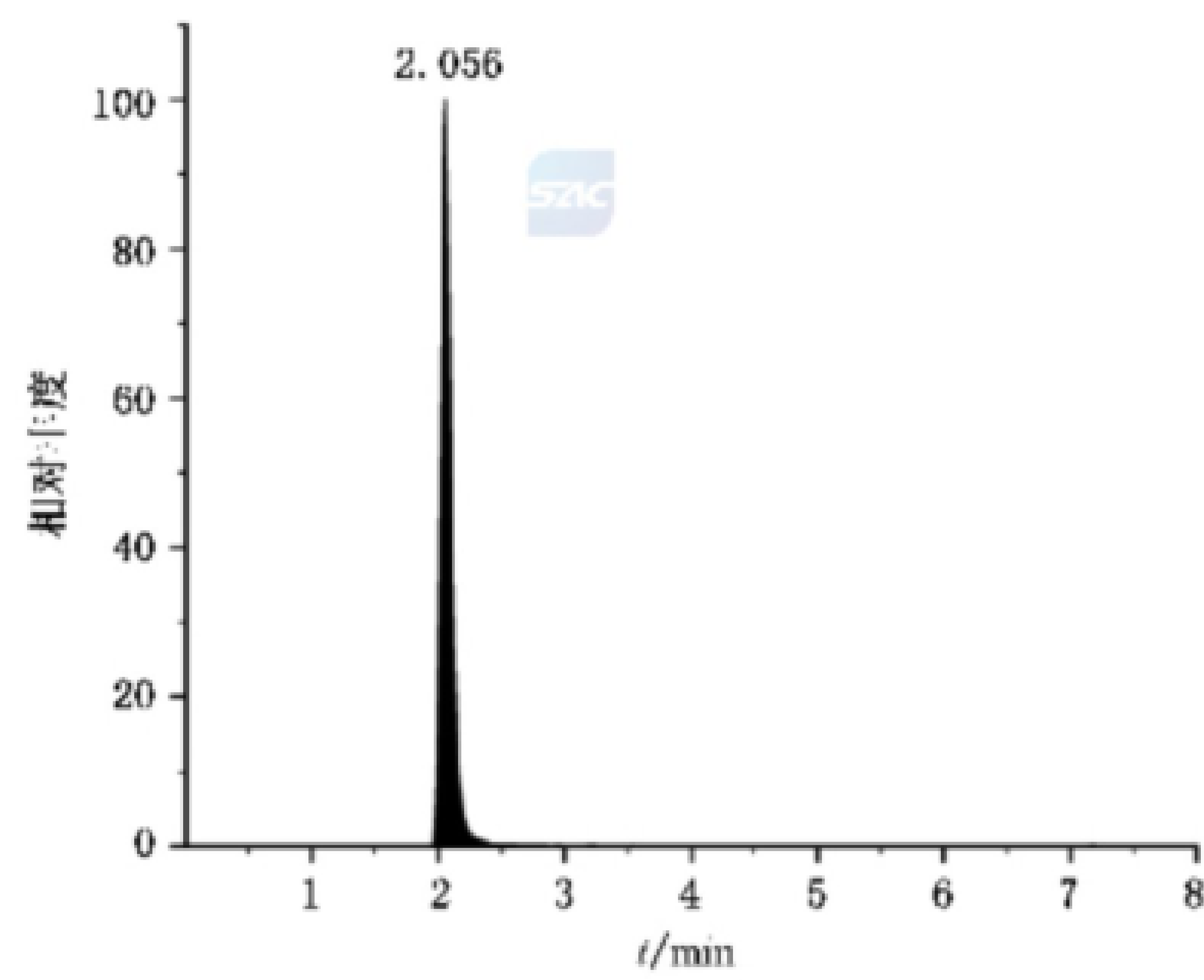
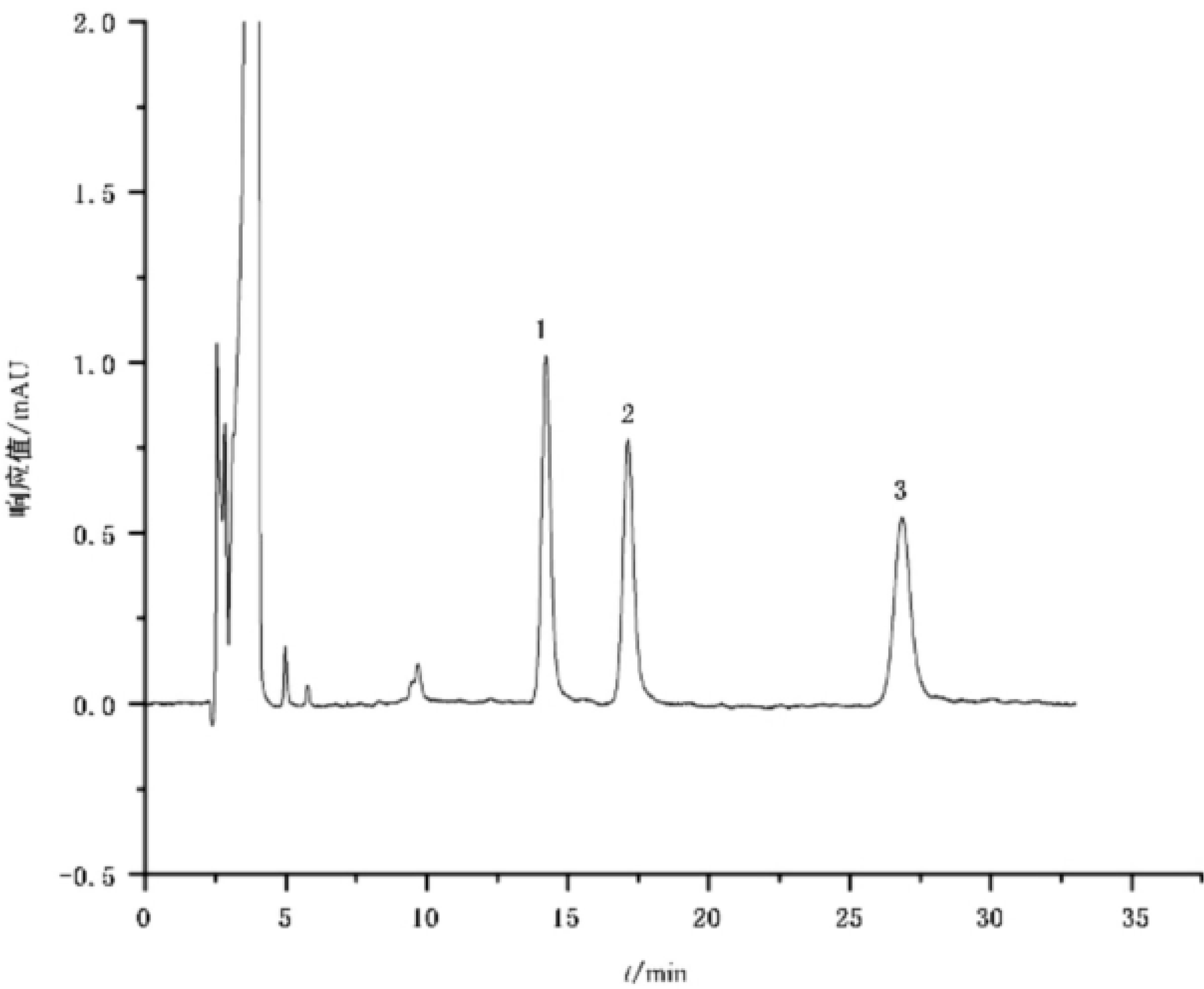


图 A.4 d<sub>9</sub>-三甲氧苄氨啉标准溶液(10 ng/mL)定量离子色谱图

附 录 B  
(资料性)

二甲氧苄氨嘧啶、三甲氧苄氨嘧啶和二甲氧甲基苄氨嘧啶标准溶液高效液相色谱图

二甲氧苄氨嘧啶、三甲氧苄氨嘧啶和二甲氧甲基苄氨嘧啶高效液相色谱图见图 B.1。



标引序号说明：  
1——二甲氧苄氨嘧啶；  
2——三甲氧苄氨嘧啶；  
3——二甲氧甲基苄氨嘧啶。

图 B.1 二甲氧苄氨嘧啶、三甲氧苄氨嘧啶和二甲氧甲基苄氨嘧啶标准溶液(2.0 μg/mL)高效液相色谱图