

蔬菜中异菌脲残留量的测定 NY/T1277-2007

1、适用范围

本标准适用于蔬菜中的异菌脲残留量的测定。（基质为大白菜）

参考标准：《NY/T1277-2007 蔬菜中异菌脲残留量的测定 高效液相色谱法》

2、溶液的配制

1. 丙酮-正己烷溶液 1（1：1）

2. 丙酮-正己烷溶液 2（8：2）

3. 甲醇溶液（甲醇：水=65：35）

4. 标准储备液：准确称取标准品 10.00mg，加少量甲醇溶解，用甲醇定容至 10mL 棕色容量瓶中，保存于 2℃~8℃ 冰箱中（保存期不超过 1 个月）。该噻烯酮标准储备液浓度为 1000 μ g/mL。

5. 标准工作液：将标准储备液用甲醇稀释得到 100 μ g/mL 和 10 μ g/mL 的标准中间液，准确量取标准中间液，用甲醇溶液分别稀释得到 0.2 μ g/mL、0.5 μ g/mL、1.0 μ g/mL、10.0 μ g/mL、20.0 μ g/mL 标准工作液

3、提取步骤

称取试样 5.0g，置于 50mL 离心管中，加入 30mL 乙腈，再加入 2g 氯化钠，超声 10min,10000rpm 离心 5min,吸取 10mL 乙腈提取液至 50mL 圆底烧瓶，在旋转蒸发仪上水浴 45℃ 旋转至干备用。

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom[®] Florisil PR，规格：2g/12mL；上层加入 3cm 高的无水硫酸钠；

预淋：10mL 丙酮-正己烷溶液 1 预淋，弃去

上样：用少量丙酮-正己烷溶液 2 溶解蒸残物并转移到层析柱中，收集

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

洗脱：用 60mL 丙酮-正己烷溶液 2 依照少量多次原则清洗圆底烧瓶并淋洗，接收洗脱液。将洗脱液在旋转蒸发仪上 45℃ 旋转至干，用 2mL 甲醇溶液溶解蒸残物，过 0.22μm 有机微孔滤膜，待测。

5、注意事项

加标水平：在 5.00g 样中加入 120μL 10.0μg/mL 异菌脲标准工作液，加标水平 0.24mg/kg，机读数为 0.2mg/L

6、色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate® XB-C18, 4.6×250mm, 5μm

流动相：A：甲醇 B：水（等度 A:B=65:35）

流速：1.000mL/min

柱温：30℃

进样量：20μL

检测波长：218nm

7、色谱图和加标回收率

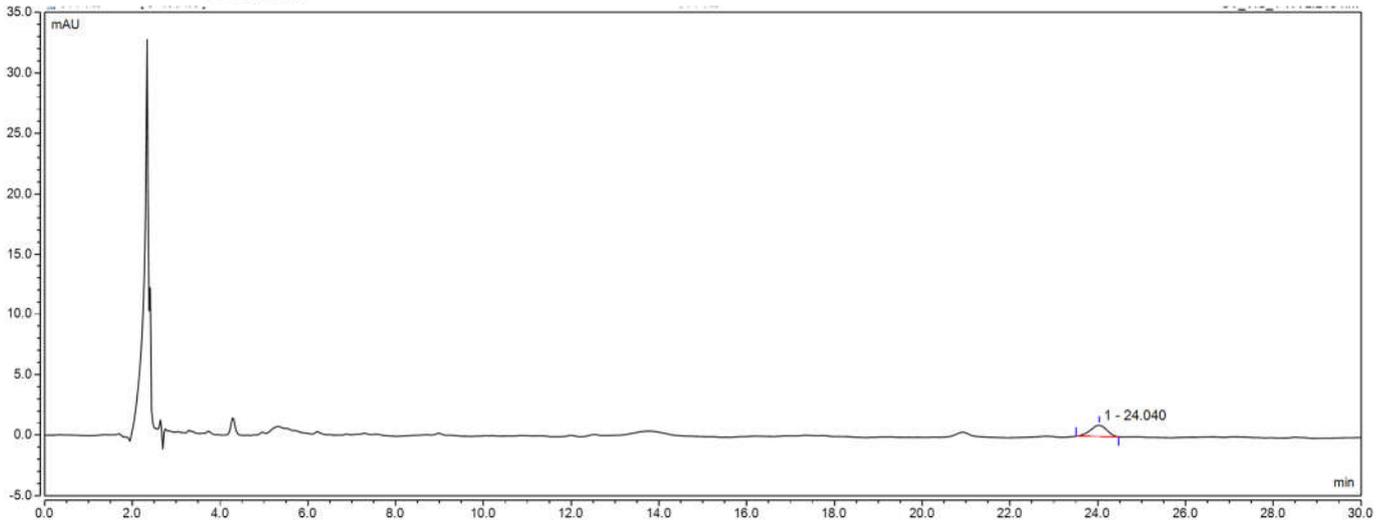


图 1. 喹烯酮 0.2µg/mL 标准图谱

峰名称	保留时间	峰面积	峰高	相对峰面积	拖尾因子	分离度	塔板数
	min	mAU*min	mAU	%		EP	EP
喹烯酮	24.040	0.4044	0.93	100	0.92	n.a	18799

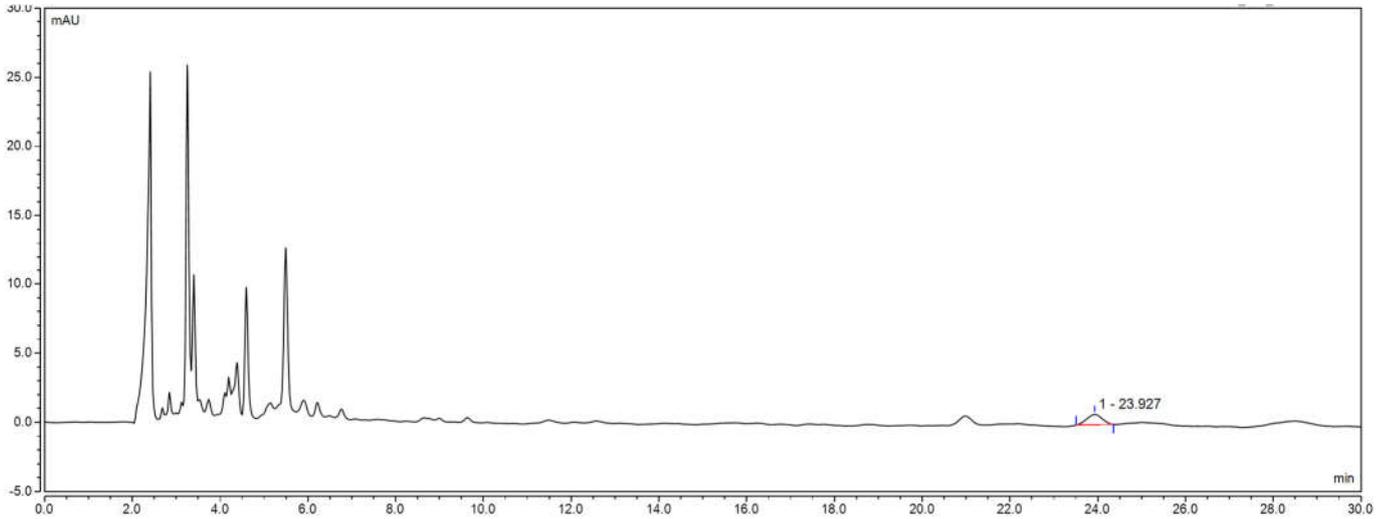


图 2. 蔬菜空白样过柱图谱

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

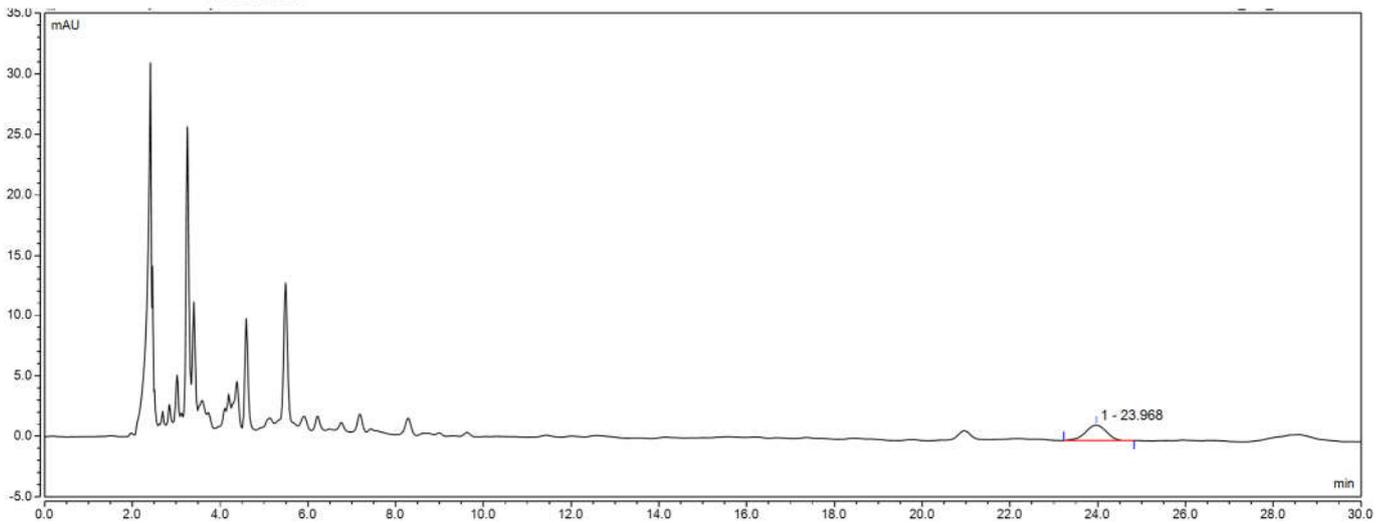


图 3.蔬菜样加标 0.24mg/kg 图谱

表 1.加标回收率表

名称	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD %
异菌脲	0.24	98.74%	3.04%

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00516-20008	SPE 小柱	Welchrom® Florisil PR,2g/12ml,20pk
00837-05006	50mL 螺口尖底离心管	离心管 一次性离心管,平盖,锥形底,RCF12000xg,袋装,未灭菌,50mL,50/包
00837-05002	15mL 螺口尖底离心管	离心管 一次性离心管,平盖,锥形底,RCF12000xg,袋装,未灭菌,15mL,50/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
	异菌脲标准品	CAS: 36734-19-7, 100mg

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