大米、黄瓜中灭幼脲、除虫脲残留量的测定 NY/T 1720-2009

1、适用范围

适用于水果、蔬菜及粮食中灭幼脲、除虫脲的测定（该实验基质为大米、黄瓜）

参考标准：《NY/T 1720-2009 水果、蔬菜中杀铃脲等七种苯甲酰脲类农药残留量的测定 高效液相法》

2、溶液的配置

1）灭幼脲标准储备液：取 10mg 灭幼脲标准品，用二氯甲烷溶解并稀释至 10mL，浓度为 1mg/mL，作为灭幼脲的储备液。

除虫脲标准储备液：取 10mg 除虫脲标准品，用二氯甲烷溶解并稀释至 10mL，浓度为 1mg/mL，作为除虫脲的储备液。

2）灭幼脲、除虫脲混合标准工作液：移取 0.1mL 灭幼脲贮备液和 0.1mL 除虫脲储备液，用甲醇定容至 10mL，浓度为 0.01mg/mL，作为混合标准工作液

3、提取步骤

大米（搅碎）

5g（精确至 0.01g）样置于 50mL 离心管中，加入 20mL 乙腈，振荡 1min，超声 10min，加入 2.5g 氯化钠，振荡混匀，超声 10min，8000rpm 离心 2min，移取上清液 10mL，40℃旋蒸至近干，加 5mL30% 乙腈水待净化。

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**

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom®C18，规格：1000mg/6mL

活化:5ml 甲醇，5mL 水，弃去

上样:待净化液全部上样，压干, 弃去

洗脱:3.5ml 甲醇，压干收集，用水定容至 5mL，过 0.22μm 有机滤头，上机检测。

5、注意事项

加标水平：在 5g 样中精确加入 0. 2mL 的 0.01mg/mL 混合标准工作液，加标水平为 0. 4mg/kg，机读数为 0.2mg/L。

6、色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate® XB-C18　4. 6×250㎜, 5μm

流动相：A-甲醇，B-水（等度 A:B=75:25）

流速：1.000mL/min

柱温：30℃

进样量：　20μL

检测波长：254nm

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**

7、色谱图或者加标回收率结果

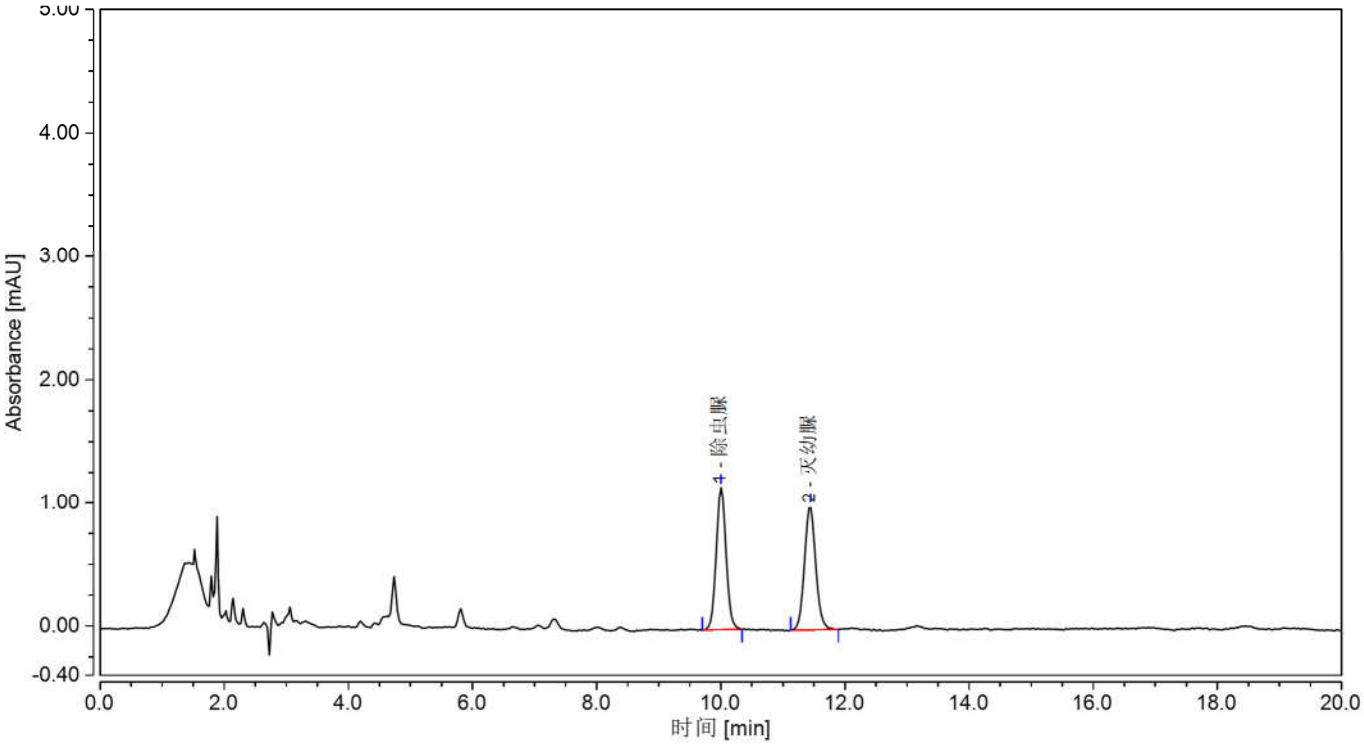

图 1、灭幼脲、灭幼脲 0.2mg/L 标准图谱

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)
除虫脲	10.002	0.213	1.161	50.17	1.07	4.74	19687
灭幼脲	11.443	0.211	1.007	49.83	1.03	n.a.	19842

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**

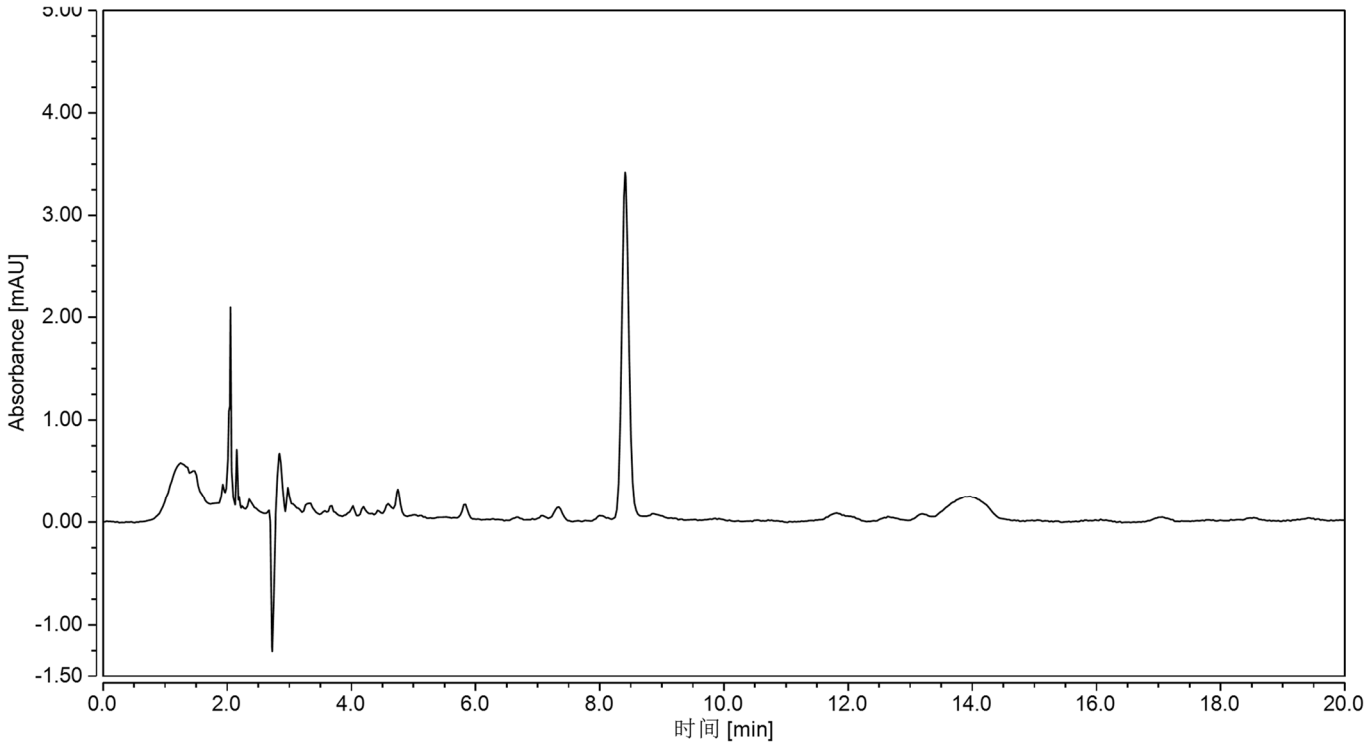

图 2、 大米空白过柱图谱

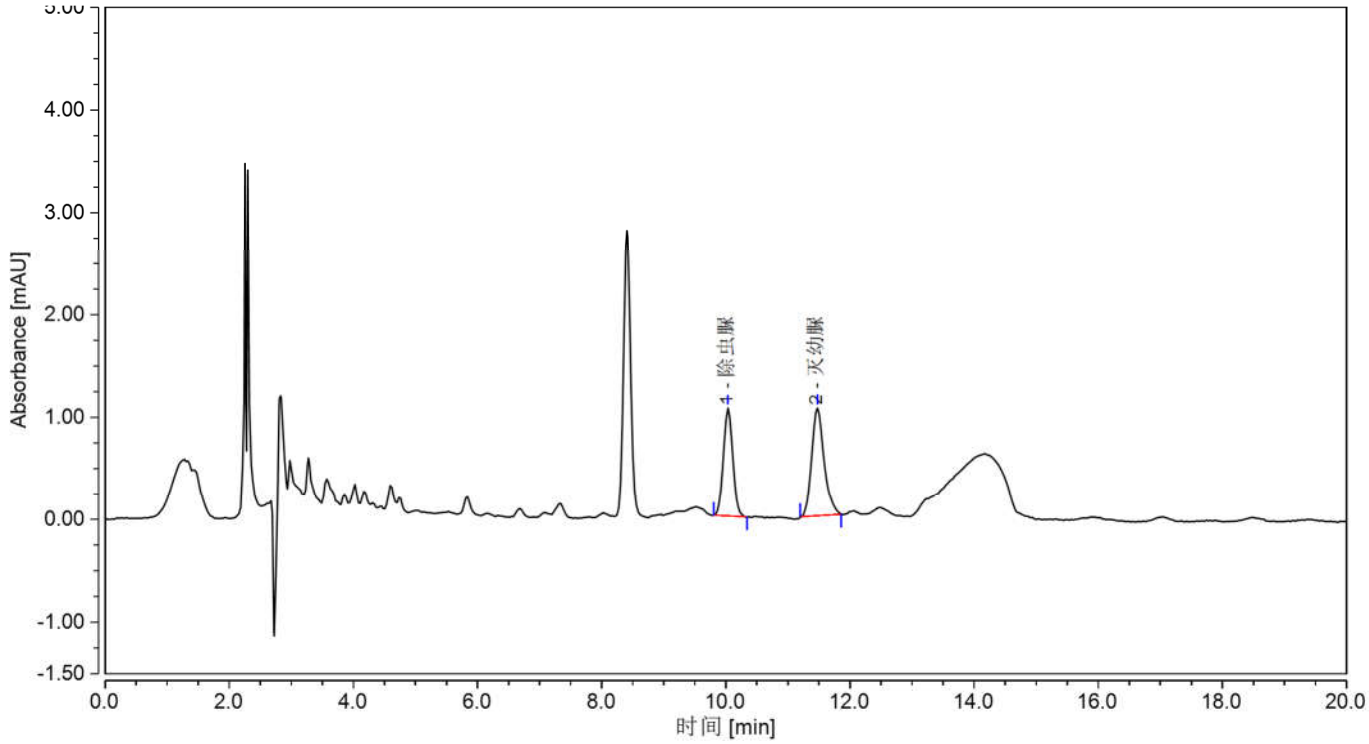

图 3、大米样加标 0. 4mg/kg 图谱

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**

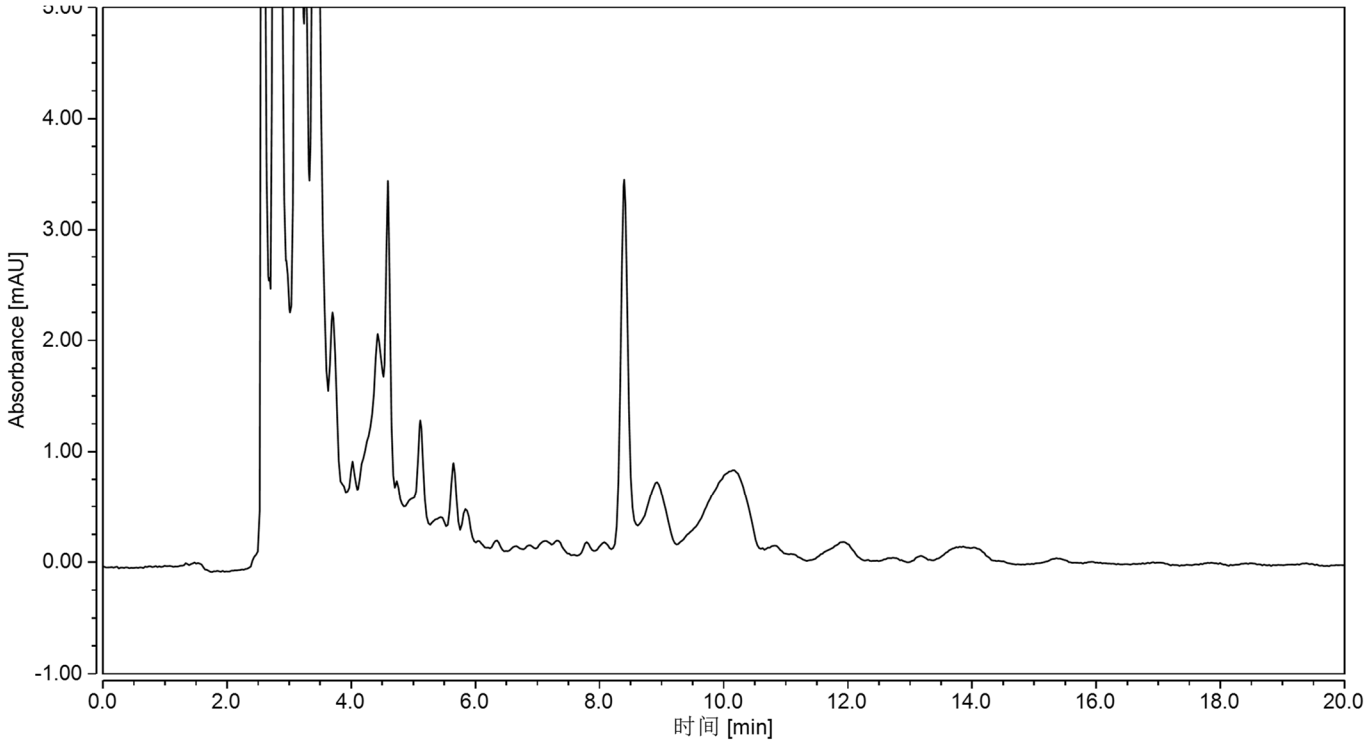

图 4、 黄瓜空白过柱图谱

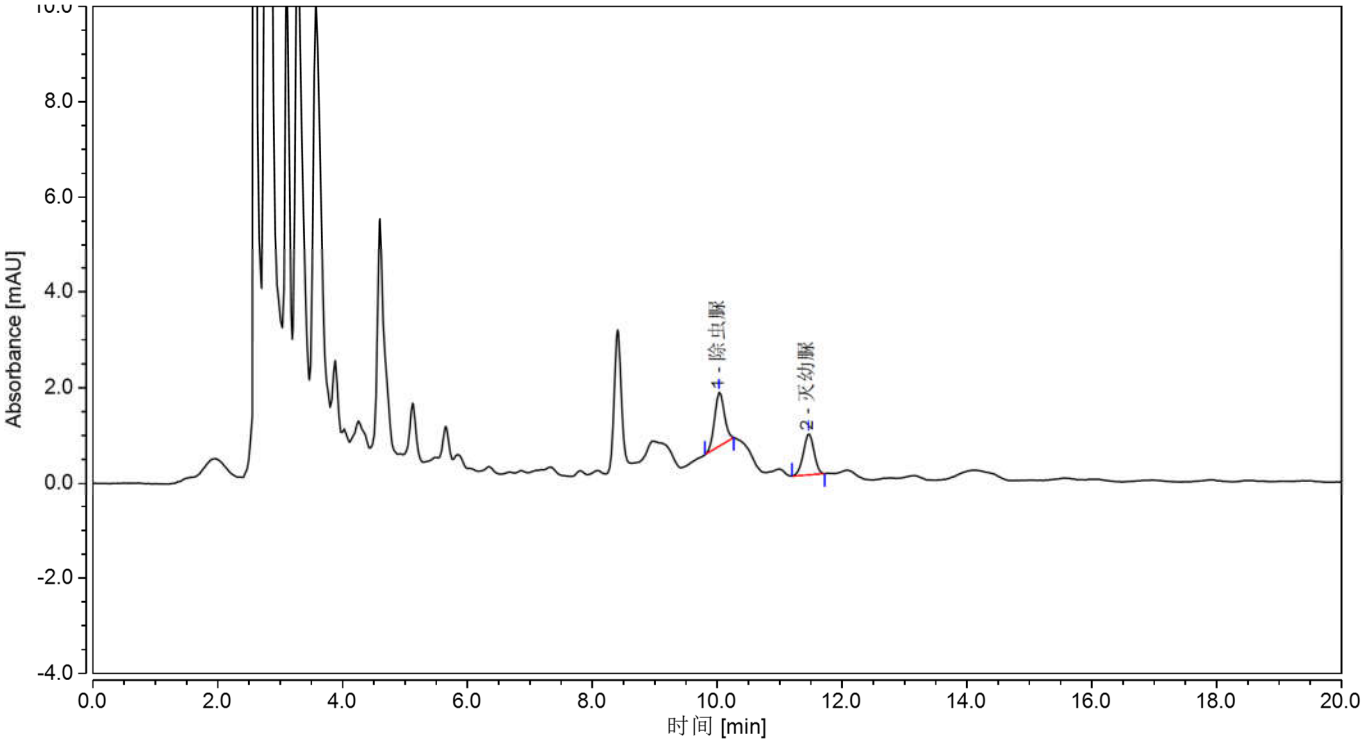

图 5、黄瓜样加标 0. 4mg/kg 图谱

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**

表 1.加标回收率表

名称	基质	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD% （n=2）
灭幼脲	大米	0.4	115	2.63
	黄瓜		82	2.65
除虫脲	大米		86	5.05
	黄瓜		100	4.07

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00504-11007	SPE 小柱	Welchrom® C18,1000mg/6ml, 30pk
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
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
00802-02201	针头式过滤器	进口 NY,13mm*0.22μm,100pk
	灭幼脲标准品	CAS:196791-54-5
	除虫脲标准品	CAS: 35367-38-5

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**