

蔬菜和水果中氨基甲酸酯类农药残留的测定 NY/T 761-2008

1.适用范围

适用于色素含量较高的复杂蔬菜和水果样品中多种氨基甲酸酯类农药残留的测定

参考标准：《NY/T 761-2008 蔬菜和水果中有机磷、有机氯、拟除虫菊酯和氨基甲酸酯类农药多残留的测定》

2.溶液的配制

标准储备液/单标：准确称取各氨基甲酸酯类农药标准品 10mg 至 10ml 容量瓶中，用甲醇溶解并定容至刻度。-18℃保存，浓度为 1000μg/mL。

标准中间液/混标：准确量取适量各氨基甲酸酯类农药单标至容量瓶中，用甲醇定容至刻度。-18℃保存，浓度为 10μg/mL。

标准使用液/混标：准确量取氨基甲酸酯类农药标准中间液 1mL 至 10mL 容量瓶中，用甲醇定容至刻度。-18℃保存，浓度为 1μg/mL。

3.提取步骤

称取 5g 样品于 50mL 离心管，加入 10mL 乙腈，2g 氯化钠，涡旋混匀 2min，4500r/min 离心 5min。

量取 2mL 上清液于 10mL 离心管中，50℃氮吹至干，加入 2mL30%甲苯/（1%甲醇-二氯甲烷）溶解残渣，待净化。

4.SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom® Carb/NH₂，规格：500mg/500 mg/6mL；

活化：4mL30%甲苯/（1%甲醇-二氯甲烷），弃去；

上样：待净化液全部上样，收集流出液；

洗脱：6mL30%甲苯/（1%甲醇-二氯甲烷），收集于 15ml 离心管中；

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

50℃氮吹至干，准确加入 1mL 甲醇溶解残渣，过 0.22μm 滤头后上 HPLC 检测。

5.注意事项

- 1) 上样过程不能过快，保持在 1ml/min；
- 2) 活化过程中可尽量减缓流速，以保证填料充分润湿；
- 3) 加标水平：5g 样中，添加 0.5mL 1μg/mL 标准使用液，得到加标水平为 0.1mg/kg 最终定容至 1mL，机读数为 0.1mg/L。

6.色谱条件

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

柱温：42℃

进样量：10μL

检测波长：激发波长 330nm；发射波长 465nm；

流动相：A：水 B：甲醇；

梯度洗脱程序：

时间/min	水/%	甲醇/%	流速/mL/min
0.0	85	15	0.5
2.0	75	25	0.5
8.0	75	25	0.5
9.0	60	40	0.8
10.0	55	45	0.8
19.0	20	80	0.8
25.0	20	80	0.8
26.0	85	15	0.5

柱后衍生：

0.05mL 氢氧化钠溶液-0.3mL/min

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

OPA 试剂-0.3mL/min

水解温度：100℃，衍生温度：室温

7. 色谱图或者加标回收率结果

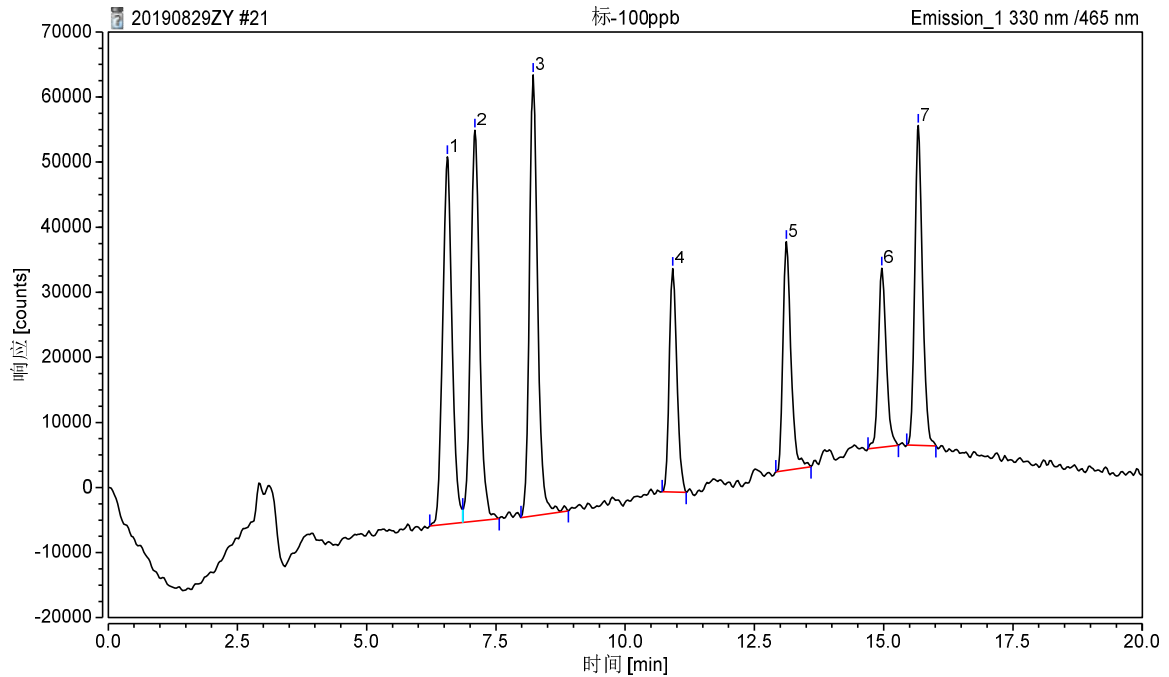


图 1. 氨基甲酸酯类标准品 0.1 mg/L 图谱

表 3: 相关峰信息

序号	峰名称	保留时间	峰面积	峰高	相对峰面积	分离度	不对称度	塔板数
1	涕灭威亚砷	6.562	11913	56429.89	19.15	1.68	1.12	6496
2	涕灭威砷	7.095	12207	60048.1	19.62	3.84	1.12	8385
3	灭多威	8.22	12601	67762.28	20.25	9.95	1.19	14036
4	三羟基克百威	10.922	5834	34329.04	9.38	8.17	1.2	26794
5	涕灭威	13.117	6270	35118.5	10.08	6.81	1.33	37318
6	克百威	14.967	4901	27504.86	7.88	2.61	1.24	48125
7	甲萘威	15.67	8498	49147.18	13.66	n.a.	1.19	55033

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

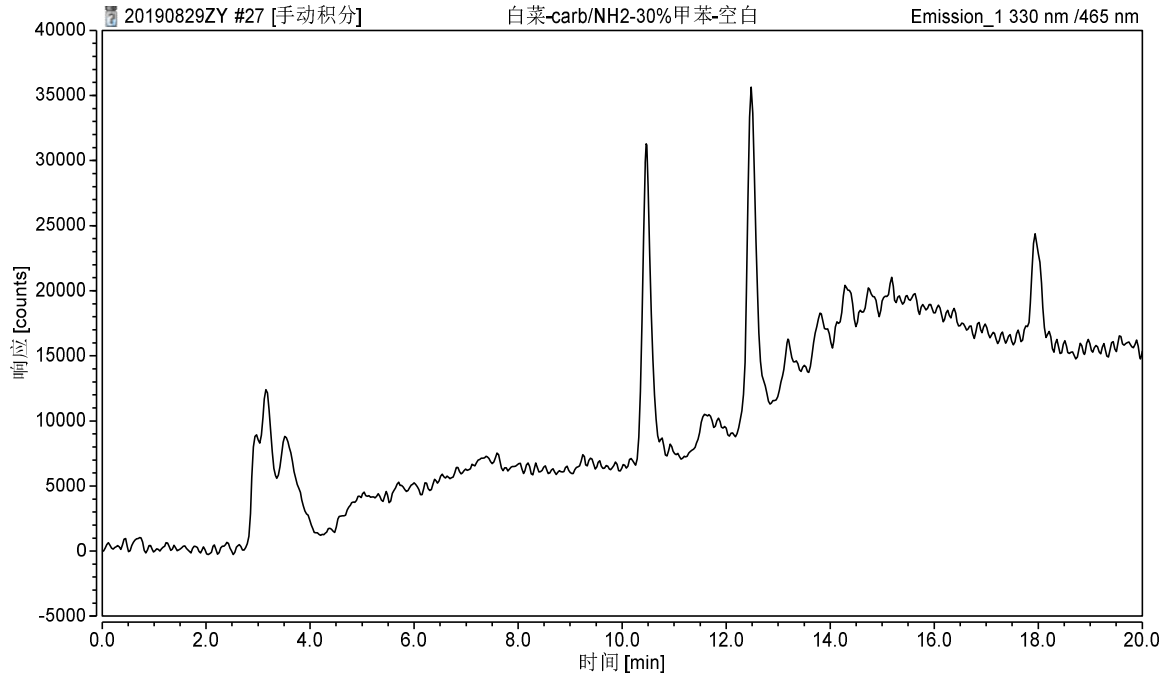


图 2.白菜空白图谱

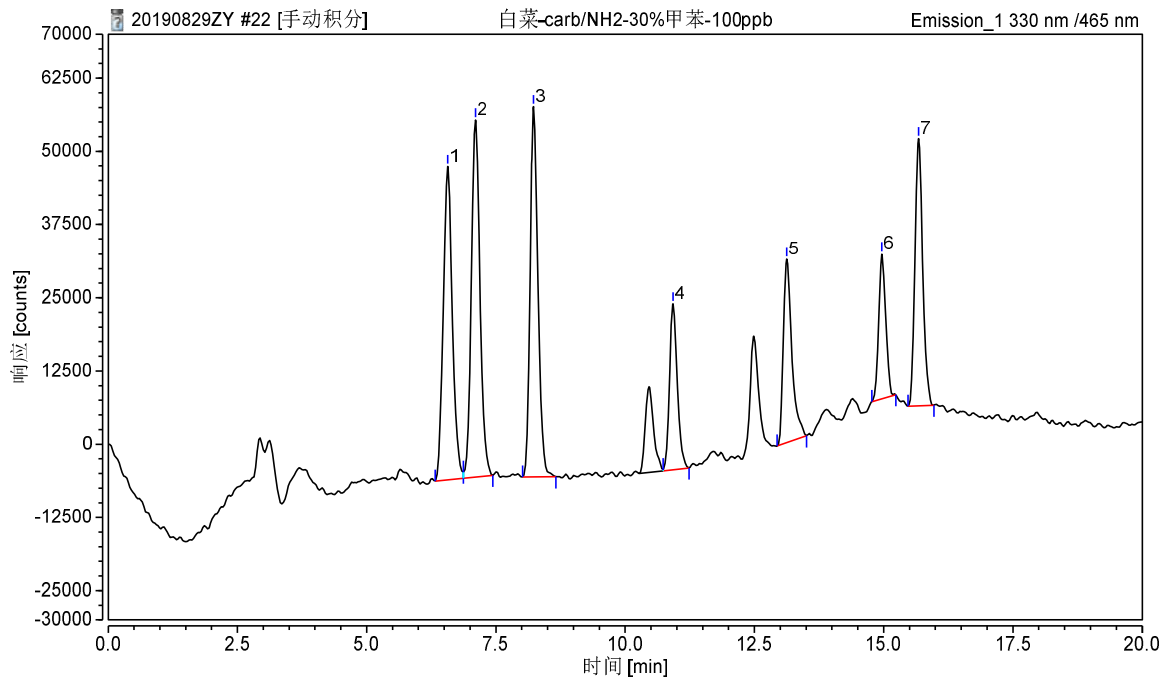


图 3.白菜加标 0.1mg/kg 图谱

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 4：加标回收率

分类	加标水平 mg/kg	回收率%
涕灭威亚砷	0.1	91.39%
涕灭威砷		96.59%
灭多威		87.14%
三羟基克百威		84.62%
涕灭威		96.08%
克百威		79.66%
甲萘威		92.47%

8. 相关产品信息

货号	名称	规格
00527-20011	SPE 小柱	Welchrom®Carb/NH ₂ , 500mg/500mg/6mL,30pk
00201-31043	液相色谱柱	Ultimate® XB-C18 , 4.6×250mm,5μm
00000-30016	50mL 螺口尖底离心管	50 支/包
00000-30113	15mL 螺口尖底离心管	100 支/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
00802-02202	针头式过滤器	进口 NY,13mm*0.45μm,100pk

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