

油料作物及植物油中氨基甲酸酯类农药及其代谢物残留量的测定

GB 23200.112-2018

1、适用范围

适用于油料作物及植物油中多种氨基甲酸酯类农药及其代谢物残留量的测定(该实验选用基质为大豆、菜籽油)

参考标准：《GB 23200.112-2018 食品安全国家标准 植物源性食品中 9 种氨基甲酸酯类农药及其代谢物残留量的测定 液相色谱-柱后衍生法》

2、溶液的配置

1) 标品使用液:准确移取 1mL 标准品储备液(100mg/L),用甲醇定容至 10mL,浓度为 10mg/L。

3、提取净化

油料作物:

称取 3g 样品(样品预先搅碎、混匀)于 50mL 具塞离心管中,加入 5mL 水, 15mL 乙腈, 5g 氯化钠, 涡旋混匀 5min。8000r/min 离心 5min。吸取 8mL 上清液到 00533-20021 净化管中, 涡旋混匀 1min, 8000r/min 离心 5min。移取 5mL 上清液 50℃氮吹至干, 加入 1mL 甲醇复溶, 过滤待测。

植物油:

称取 3g 样品于 50mL 具塞离心管中, 加入 5mL 水, 15mL 乙腈, 加入 00528-20000 盐析包, 涡旋混匀 5min。8000r/min 离心 5min。吸取 8mL 上清液到 00533-20021 净化管中, 涡旋混匀 1min, 8000r/min 离心 5min。移取 5mL 上清液 50℃氮吹至干, 加入 1mL 甲醇复溶, 过滤待测。

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

QuEChERS 净化管：15ml 离心管-400mgPSA+400C18E+1200mg MgSO₄。

盐析包：1.5g 无水乙酸钠+6g 无水硫酸镁

4、注意事项

1) 加标水平：

大豆：3 样中，添加 300 μ L 10mg/L 标准使用液，得到加标水平为 1mg/kg，最终定容到 1mL，机读数为 1mg/L。

菜籽油：3g 样中，添加 300 μ L 10mg/L 标准使用液，得到加标水平为 1mg/kg。最终定容到 1mL，机读数为 1mg/L。

2) 本次试验中，由于仪器检出限过高，为确保回收率准确，将加标水平提升至 1mg/L。

5、色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate® XB-C18，4.6 \times 250mm,5 μ m

柱温：42 $^{\circ}$ C

进样量：10 μ L

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	1.0
2.0	75	25	
6.5	75	25	
10.5	60	40	
28	60	40	
33	20	80	
35	20	80	

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

35.1	0	100	
39	0	100	
39.1	85	15	

柱后衍生:

0.05mL 氢氧化钠溶液-0.3mL/min

OPA 试剂-0.3mL/min

水解温度: 100℃, 衍生温度: 室温

6、色谱图或者加标回收率结果

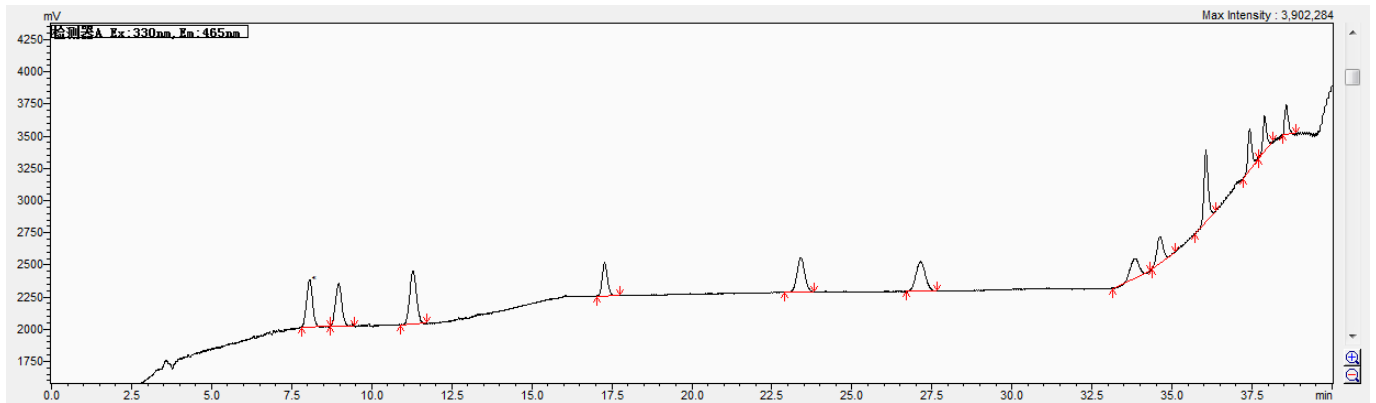


图 1. 氨基甲酸酯标准品 1mg/L 图谱

峰名称	保留时间	峰高	峰面积	相对峰面积	拖尾因子	塔板数
	min	Hz	Hz*s	%		(EP)
涕灭威亚砷	8.062	367252	4571710	10.247	1.043	8926
涕灭威砷	8.972	334856	4568282	10.239	1.033	9820
灭多威	11.294	416849	6086157	13.641	1.035	13348
三羟基克百威	17.276	260956	2989608	6.701	1.154	49962
涕灭威	23.403	265133	4392026	9.844	1.061	44242
速灭威	27.139	231756	4755287	10.658	1.081	39041
残杀威	33.832	152337	2633486	5.903	1.005	68454
克百威	34.632	204348	2826635	6.336	1.027	139008
甲萘威	36.057	561693	5218856	11.697	1.274	325016
异丙威	37.429	316226	2680395	6.008	1.25	497625
混杀威	37.887	277973	2267932	5.083	1.237	477335

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

仲丁威	38.573	225995	1625337	3.643	1.319	536658
-----	--------	--------	---------	-------	-------	--------

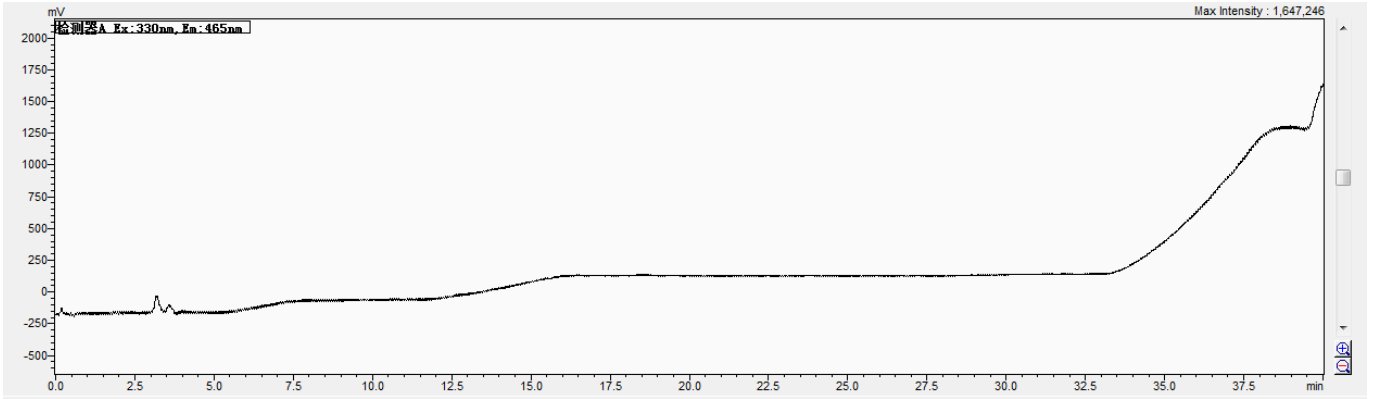


图 2.大豆样品空白图谱

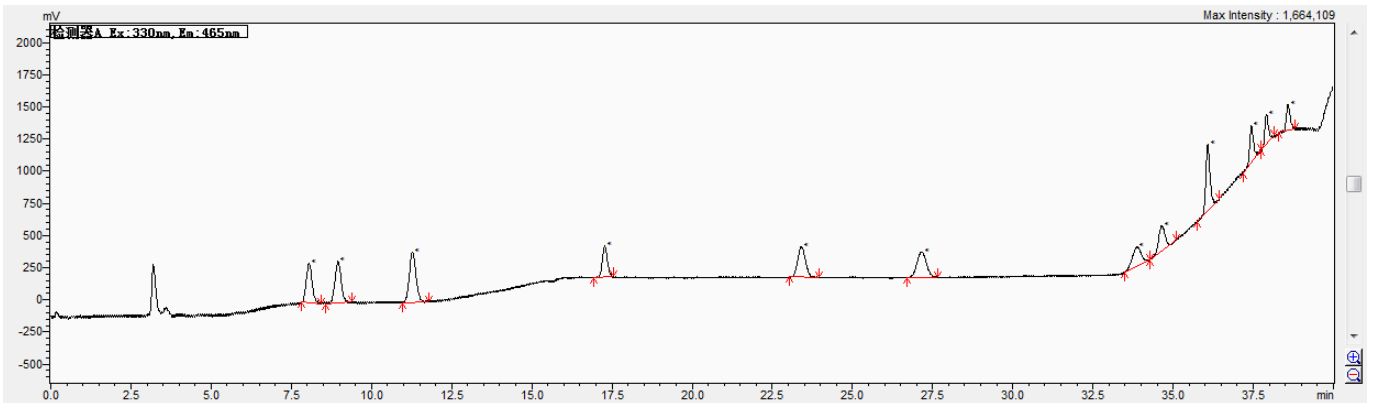


图 3. 大豆样品加标 1mg/kg 图谱

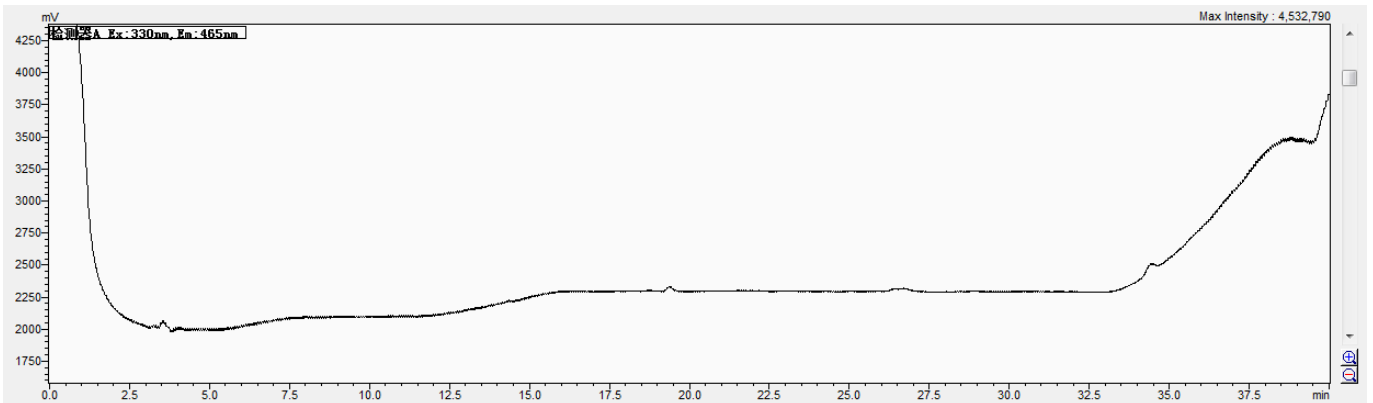
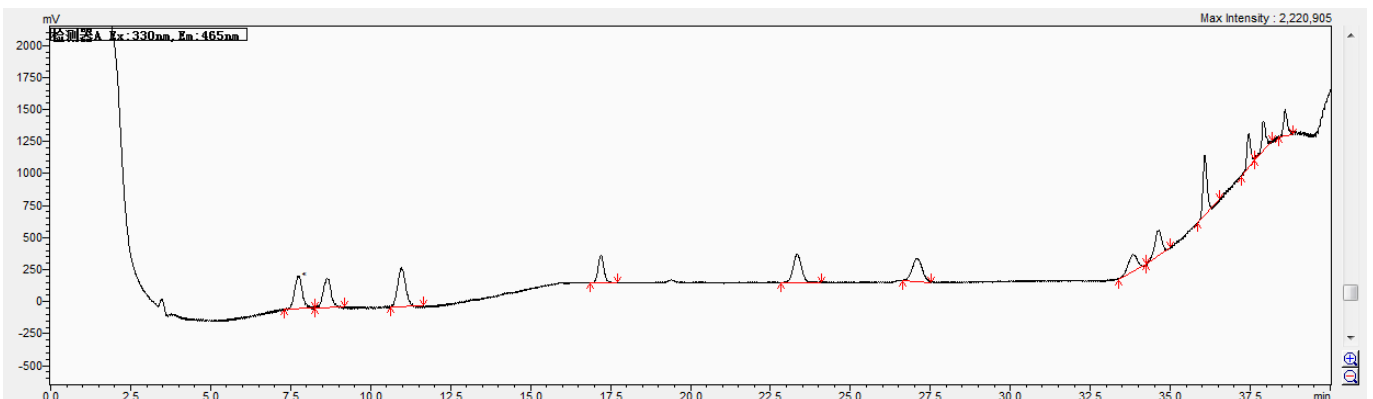


图 4.菜籽油样品空白图谱



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 5.菜籽油样品加标 1mg/kg 图谱

表 1.加标回收率表

目标物	加标水平 mg/kg	大豆		菜籽油	
		平均回收率%	RSD %	平均回收率%	RSD %
涕灭威亚砷	1.0	82.96%	0.62%	92.32%	1.56%
涕灭威砷		94.58%	0.94%	87.35%	2.26%
灭多威		92.96%	0.42%	89.96%	3.40%
三羟基克百威		93.68%	3.44%	89.17%	2.66%
涕灭威		90.33%	1.58%	93.89%	2.12%
速灭威		86.56%	1.60%	83.12%	2.93%
残杀威		109.19%	1.04%	96.71%	1.41%
克百威		92.84%	1.06%	114.35%	5.85%
甲萘威		91.89%	1.61%	84.36%	5.56%
异丙威		82.04%	5.43%	77.14%	3.96%
混杀威		84.51%	3.74%	90.14%	1.52%
仲丁威		98.65%	0.28%	108.74%	4.48%

7、相关产品信息

货号	名称	规格
00528-20000	盐析包	1.5 无水乙酸钠 g+6g 无水硫酸镁
00533-20021	QuEChERS 净化管	15ml 离心管-400mgPSA+400C18E+1200mg MgSO ₄
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
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

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

		11.6*32mm 一级水解玻璃 100pk
00201-31043	液相色谱柱	Ultimate® XB-C18 , 4.6×250mm,5μm
	氨基甲酸酯标准品	根据《GB23200.112-2018》定制, 12 种目标物混标, 100mg/L 于甲醇

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