

前 言

NY/T 761—2004《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检测方法》分为三个部分：

- 第 1 部分：蔬菜和水果中 26 种有机磷类农药多残留检测方法；
- 第 2 部分：蔬菜和水果中 22 种有机氯和拟除虫菊酯类农药多残留检测方法；
- 第 3 部分：蔬菜和水果中 8 种氨基甲酸酯类农药多残留检测方法。

本部分为 NY/T 761—2004 的第 3 部分，“附录 A”为资料性附录。

本部分由中华人民共和国农业部提出。

本部分起草单位：农业部环境质量监督检验测试中心（天津）、农业部环境保护科研监测所。

本部分主要起草人：刘长武、刘潇威、刘凤枝、买光熙、李平、赵梦彬、郑明辉、王一茹。

本标准首次发布。

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检测方法

第 3 部分 蔬菜和水果中氨基甲酸酯类 农药多残留检验方法

1 范围

本部分规定了蔬菜和水果中涕灭威砒、涕灭威亚砒、灭多威、3-羟基呋喃丹、涕灭威、克百威、甲萘威、异丙威 8 种氨基甲酸酯类农药多残留液相色谱检测方法。

本部分适用于蔬菜和水果中上述 8 种农药残留量的检测。

2 原理

样品中氨基甲酸酯类农药用乙腈提取,提取液采用固相萃取技术分离、净化,经浓缩后,使用带荧光检测器和柱后衍生系统的高效液相色谱进行检测。外标法定性、定量。

3 试剂与材料

方法所用试剂,凡未指明规格者,均为分析纯;水为蒸馏水。

3.1 乙腈。

3.2 丙酮,重蒸。

3.3 甲醇,色谱纯。

3.4 氯化钠,140℃烘烤 4h。

3.5 柱后衍生试剂

3.5.1 0.05mol/L NaOH 溶液, Pickering® (cat. No CB130);

3.5.2 OPA 稀释溶液, Pickering® (cat. No CB910);

3.5.3 邻苯二甲醛(O-Phthalaldehyde, OPA), Pickering® (cat. No 0120);

3.5.4 巯基乙醇(Thiofluor), Pickering® (cat. No 3700-2000)。

3.6 固相萃取柱,氨基柱(Aminopropyl®),容积 6mL,填充物 500mg。

3.7 滤膜,0.2μm,0.45μm。

3.8 农药标准品,见表 1。

表 1 8 种氨基甲酸酯类农药标准品

序号	中文号	英文名	纯度	溶剂
1	涕灭威亚砒	aldicarb sulfoxide	≥96%	甲醇
2	涕灭威砒	aldicarb sulfone	≥96%	甲醇
3	灭多威	methomyl	≥96%	甲醇
4	3-羟基呋喃丹	3-hydroxycarbofuran	≥96%	甲醇
5	涕灭威	aldicarb	≥96%	甲醇
6	克百威	carbofuran	≥96%	甲醇
7	甲萘威	carbaryl	≥96%	甲醇
8	异丙威	isoprocarb	≥96%	甲醇

3.9 农药标准溶液配制

单个农药标准溶液:准确称取一定量农药标准品,用甲醇稀释,逐一配制成1 000mg/L的单一农药标准储备液,贮存在-18℃以下冰箱中。使用时根据各农药在对应检测器上的响应值,吸取适量的标准储备液,用甲醇稀释配制成所需的标准工作液。

农药混合标准溶液:根据各农药在仪器上的响应值,逐一吸取一定体积的单个农药储备液分别注入同一容量瓶中,用甲醇稀释至刻度配制成农药混合标准储备溶液,使用前用甲醇稀释成所需浓度的标准工作液。

4 仪器设备

4.1 食品加工器。

4.2 匀浆机。

4.3 氮吹仪。

4.4 液相色谱仪,可做梯度淋洗,配有柱后衍生反应装置和荧光检测器(FLD)。

5 测定步骤

5.1 试料制备

同第一部分“方法一”。

5.2 提取

同第一部分“方法一”。

5.3 净化

从100mL具塞量筒中准确吸取10.00mL乙腈相溶液,放入150mL烧杯中,将烧杯放在80℃水浴锅上加热,杯内缓缓通入氮气或空气流,将乙腈蒸发近干;加入2.0mL甲醇+二氯甲烷(1+99)溶解残渣,盖上铝箔待净化。

将氨基柱用4.0mL甲醇+二氯甲烷(1+99)预洗条件化,当溶剂液面到达柱吸附层表面时,立即加入样品溶液,用15mL离心管收集洗脱液,用2mL甲醇+二氯甲烷(1+99)洗烧杯后过柱,并重复一次。将离心管置于氮吹仪上,水浴温度50℃,氮吹蒸发至近干,用甲醇准确定容至2.5mL。在混合器上混匀后,用0.2μm滤膜过滤,待测。

5.4 色谱参考条件

5.4.1 色谱柱

预柱,C₁₈预柱,4.6mm×4.5cm;分析柱,C₈,4.6mm×25cm,5μm或C₁₈,4.6mm×25cm,5μm。

5.4.2 柱温,42℃。

5.4.3 荧光检测器,λ_{ex}330nm,λ_{em}465nm。

5.4.4 溶剂梯度与流速,见表2

表2 溶剂梯度与流速

时间 min	水 %	甲醇 %	流速 mL/min
0.00	85	15	0.5
2.00	75	25	0.5
8.00	75	25	0.5
9.00	60	40	0.8

表 2 (续)

时间 min	水 %	甲醇 %	流速 mL/min
10.00	55	45	0.8
19.00	20	80	0.8
25.00	20	80	0.8
26.00	85	15	0.5

5.4.5 柱后衍生

5.4.5.1 0.05mol/L 氢氧化钠溶液,流速 0.3mL/min;

5.4.5.2 OPA 试剂,流速 0.3mL/min;

5.4.5.3 反应器温度

水解温度,100℃;衍生温度,室温。

5.5 色谱分析

吸取 20.0μL 标准混合溶液(或净化后的样品)注入色谱仪中,以保留时间定性,以样品溶液峰面积与标准溶液峰面积比较定量。

6 结果

6.1 计算

样品中被测农药残留量以质量分数 ω 计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按公式(1)计算。

$$\omega = \frac{V_1 \times A \times V_3}{V_2 \times A_s \times m} \times \Psi \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

Ψ ——标准溶液中农药的含量,单位为毫克/升(mg/L);

A ——样品中被测农药的峰面积;

A_s ——农药标准溶液中被测农药的峰面积;

V_1 ——提取溶剂总体积;

V_2 ——吸取出用于检测的提取溶液的体积;

V_3 ——样品定容体积;

m ——样品的质量。

计算结果保留三位有效数字。

6.2 精密度

将 8 种氨基甲酸酯类农药混合标准溶液在 0.05mg/L、0.10mg/L 和 0.50mg/L 三个水平添加到蔬菜和水果样品中进行方法的精密度试验,方法的添加回收率在 70%~120%之间,变异系数小于 20%。

7 色谱图

见图 1。各农药色谱峰保留时间参考值见附录 A。

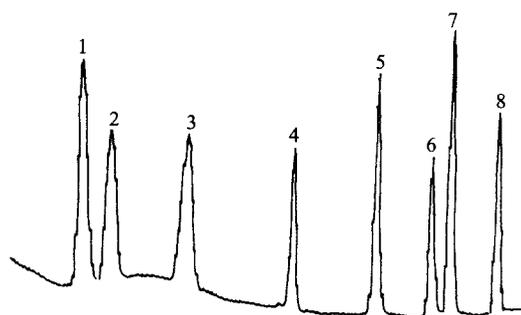


图1 氨基甲酸酯类农药标准色谱图
 1——涕灭威亚砒；2——涕灭威砒；3——灭多威；4——3-羟基呋喃丹；5——涕灭威；6——克百威；7——甲萘威；8——异丙威。

附录 A
 (资料性附录)

表 A.1 氨基甲酸酯类农药检测参考数据表

序号	中文名	英文名	相对保留时间	最低检出限 MDL mg/kg
			RRT(C ₈ , FLD)	
1	涕灭威亚砒	aldicarb sulfoxide	0.47	0.0030
2	涕灭威砒	aldicarb sulfone	0.51	0.0030
3	灭多威	methomyl	0.65	0.0030
4	3-羟基呋喃丹	3-hydroxycarbofuran	0.80	0.0020
5	涕灭威	aldicarb	0.90	0.0010
6	克百威	carbofuran	0.98	0.0025
7	甲萘威	carbaryl	1.00	0.0010
8	异丙威	isoprocarb	1.05	0.0025

中华人民共和国
农业行业标准
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检测方法

NY/T 761—2004

* * *

中国农业出版社出版
(北京市朝阳区麦子店街18号楼)
(邮政编码: 100026 网址: www.ccap.com.cn)

中国农业出版社印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经销

* * *

开本 880mm×1230mm 1/16 印张 1.75 字数 34千字

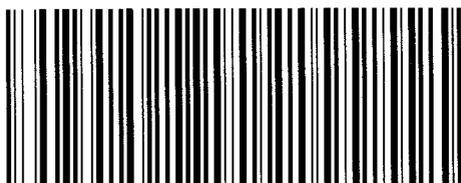
2004年2月第1版 2004年2月北京第1次印刷

书号: 16109·300 印数: 1~10000册

定价: 16.00元

版权专有 侵权必究

举报电话: (010) 65005894



NY/T 761-2004