

苹果中甲基硫菌灵的分析方法

AF10189

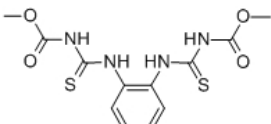
应用及技术服务部-戴西达

摘要: 按照 NY/T 1680-2009 (蔬菜水果中多菌灵等 4 中苯并咪唑类农药残留量的测定) 方法, 本实验建立了苹果中甲基硫菌灵的检测方法。Venusil XBP C18 (L) 色谱柱 (4.6 × 250 mm, 5 μm) 分离, 外标法定量。结果表明, 苹果中甲基硫菌灵回收率 93.95%, 变异系数 0.69%, 能够满足检测要求。

关键词: 甲基硫菌灵; Venusil XBP C18 (L); 苹果;

样品信息

表 1. 甲基硫菌灵样品信息

样品名称	英文名	结构式	分子式	分子量	CAS 编号
甲基硫菌灵	thiophonate-met hyl		C ₁₂ H ₁₄ N ₄ O ₄ S ₂	342.39	23564-05-8

实验部分

仪器、试剂与材料

主要仪器设备

高效液相色谱仪 (紫外检测器);

试剂材料

甲醇、乙腈为色谱纯; 硫酸镁、磷酸、癸烷磺酸钠、三乙胺为分析纯, 实验用水为超纯水, 标准品及化学式, CAS号见表1;

离子对试剂: 取3.5 mL磷酸于100 mL水中, 加0.5 g癸烷磺酸钠, 溶解后加入5 mL三乙胺, 用水定容至500 mL;

一次性无菌注射器; Nylon 针式过滤器 (0.22 μm, 直径 13 mm) ;

净化包: MS-PA0250, 内含 50 mg PSA, 150 mg 无水硫酸镁。



样品制备

样品提取:

称取试样 12.5 g 苹果试样 (精确至 0.01 g), 置于 50 mL 离心管中, 加入 12.5 mL 乙腈, 高速匀浆 2 min, 加入 7.5 g 无水硫酸镁, 盖上盖子, 剧烈振摇 1 min, 静置 30min, 2500 r/min 离心 5 min, 使乙腈和水相分层。

净化:

移取 1 mL 上层乙腈溶液于 2 mL 离心管中, 加入净化包 (P/N: MS-PA0250) 2500 r/min 离心 5 min, 准确吸取 0.5 mL 乙腈溶液, 加入 0.5 mL 离子对试剂, 振荡后, 过 0.45 μ m 滤膜, 待测。

实验条件

液相条件

色谱柱: Venusil XBP C18 (L), 5 μ m, 4.6 \times 250 mm

流动相: 甲醇: 离子对试剂 = 40: 60 (V/V);

流 速: 1.25 mL/min

柱 温: 45°C

进样量: 40 μ L

检测波长: 265 nm

结果与讨论

实验结果

表 2. 苹果中甲基硫菌灵回收实验结果

物质名称	保留时间/min	添加水平 /mg/kg	回收率/%	CV/%
甲基硫菌灵	11.176	0.8	93.95	0.69



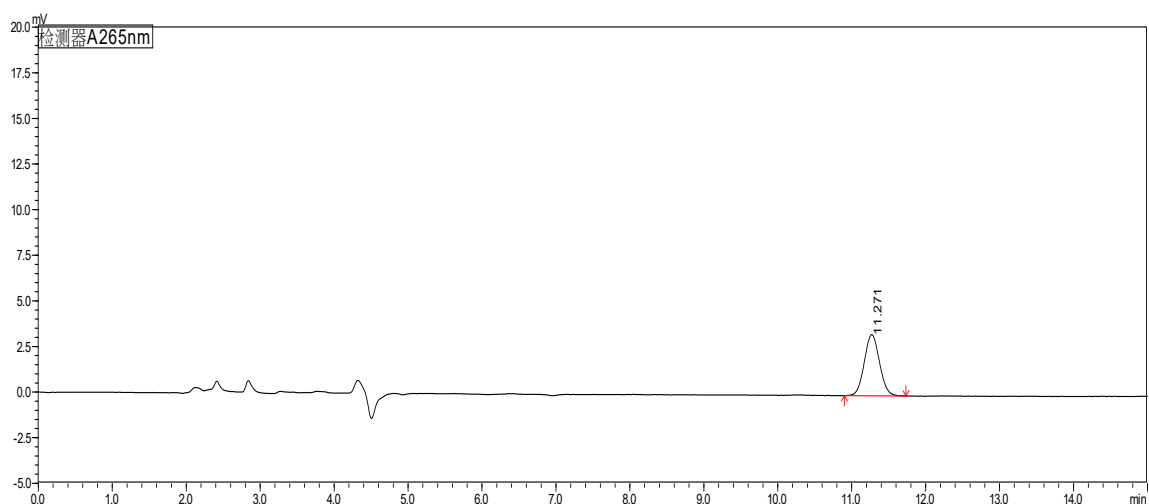


图1. 甲基硫菌灵标准溶液 0.4 ug/ml液相色谱图

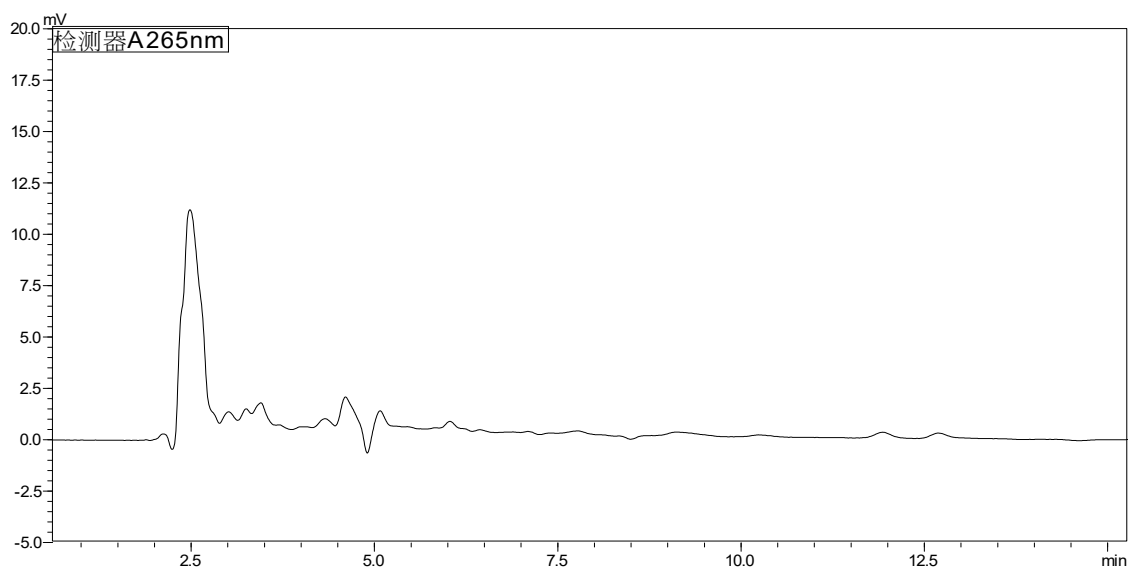


图2. 苹果空白色谱图



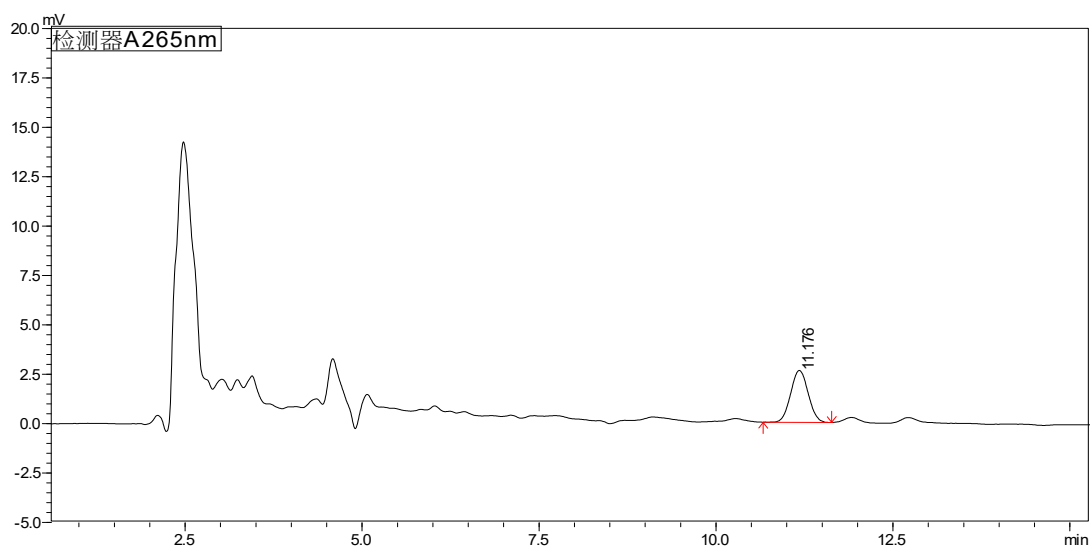


图3. 苹果基质加标液相色谱图

结论

本实验建立了苹果中甲基硫菌灵的检测方法,并结合高效液相色谱对苹果中甲基硫菌灵含量进行测定。加标量为 0.8 mg/kg 时,甲基硫菌灵回收率为 93.95%,变异系数 0.69 %,符合实验要求。

附：相关产品

产品名称	规格描述	包装数量	订货号
净化包	2 mL 离心管	100 支/pk	MS-PA0250
Venusil XBP C18(L)	5 μ m, 4.6 \times 250 mm	1 支	VX952505-L
1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写处 32 \times 11.6 mm	100/pk	1109-0519
1.5 mL 样品瓶盖	9 mm 中心孔蓝盖, 红色橡胶/米 色 PTFE 隔垫 45°Shore A; 1.0 mm	100/pk	0915-1819



Nylon 针式过滤器	单膜, 13 mm, 0.22 μ m	200/pk	AS021320
一次性注射器	2 mL 无针头	100 支/包	LZSQ-2ML

