

蔬菜和水果中氨基甲酸酯类农药多残留的测定方法

1 试剂与材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682 规定的一级水。

- 1.1 乙腈。
- 1.2 丙酮，重蒸。
- 1.3 甲醇，色谱纯。
- 1.4 氯化钠，140℃ 烘烤 4 h。
- 1.5 柱后衍生试剂，试剂包 (P/N: YS-CB-001)
- 1.5.1 0.05mol/L NaOH 溶液: R315, 以 1 L 水溶解。
- 1.5.2 OPA 稀释溶液: R312, 以 1 L 水溶解。
- 1.5.3 邻苯二甲醛 (O-Phthalaldehyde, OPA): R301 。
- 1.5.4 巯基乙醇 (Thiofluor): R302 。
- 1.6 固相萃取柱, FJ-NH2-500.6: 氨基柱, 容积 6 mL, 填充物 500mg 。
- 1.7 滤膜, 0.2 μm, 0.45 μm, 溶剂膜。
- 1.8 农药标准品见表 1

表 1 10 种氨基甲酸酯类农药及其代谢物标准品

序号	中文名	英文名	纯度	溶剂
1	涕灭威亚砷	aldicarb sulfoxide	≥ 96%	甲醇
2	涕灭威砷	aldicarb sulfone	≥ 96%	甲醇
3	灭多威	methomyl	≥ 96%	甲醇
4	3-羟基克百威	3-hydroxycarbofuran	≥ 96%	甲醇
5	涕灭威	aldicarb	≥ 96%	甲醇
6	速灭威	metolcarb	≥ 96%	甲醇
7	克百威	carbofuran	≥ 96%	甲醇
8	甲萘威	carbaryl	≥ 96%	甲醇
9	异丙威	isoprocarb	≥ 96%	甲醇
10	仲丁威	fenobucarb	≥ 96%	甲醇

1.9 农药标准溶液配制

1.9.1 单个农药标准溶液，直接使用农药标样。（浓度为 1000mg/L）

贮存在 -18°C 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。

1.9.2 农药混合标准溶液

根据各农药在仪器上的响应值，逐一准确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成农药混合标准储备溶液，使用前用甲醇稀释成所需质量浓度的标准工作液。

2 仪器设备

2.1 液相色谱仪，梯度系统，配有荧光检测器（FLD）。

2.2 食品加工器。

2.3 匀浆机。

2.4 氮吹仪。

2.5 柱后衍生系统：CoM6000PCR 双柱后衍生系统

3 测定步骤

3.1 试样制备

同 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农药多残留的测定》中第一部分的方法一。

3.2 提取

同 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农药多残留的测定》中第一部分的方法一。

3.3 净化

从 100 mL 具塞量筒中准确吸取 10.00 mL 乙腈相溶液，放入 150 mL 烧杯中，将烧杯放在 80°C 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 2.0 mL 甲醇+二氯甲烷（1+99）溶解残渣，盖上铝箔，待净化。

将氨基柱用 4.0 mL 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，立即加入上述待净化溶液，用 15 mL 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°C ，氮吹蒸发至近干，用甲醇准确定容至 2.5 mL。在混合器上混匀后，用 $0.2\ \mu\text{m}$ 滤膜过滤，待测。

3.4 色谱参考条件

3.4.1 色谱柱

预柱: C18 预柱, 600220;

分析柱: C42545, Comatex, C18-CB, 5 μ , 250 \times 4.6。

3.4.2 柱温, 42 $^{\circ}$ C 。3.4.3 荧光检测器, λ_{ex} 330 nm, λ_{em} 465 nm。

3.4.4 溶剂梯度与流速

溶剂梯度与流速见表二

表 2 溶剂梯度与流速

时间 min	A: 水 %	B: 甲醇/水=90/10 %	流速 mL/min
0	75	25	1.00
12	55	45	1.00
25	10	90	1.00
30	10	90	1.00
31	75	25	1.00
40	75	25	1.00

3.4.5 柱后衍生

3.4.5.1 衍生剂 1: (见试剂包使用说明), 流速: 0.5mL/min。

3.4.5.2 衍生剂 2: (见试剂包使用说明), 流速: 0.5mL/min。

3.4.5.3 反应器温度

水解温度: 100 $^{\circ}$ C; 衍生温度: 40 $^{\circ}$ C。

3.5 色谱分析

分别吸取 20.0 μ L 标准混合溶液和净化后的样品溶液注入色谱仪中, 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。

琛航公司长期提供氨基甲酸酯类农药测定用 COM6000 柱后衍生系统, YS-CB-001 衍生用试剂包, 氨基甲酸酯专用色谱柱, 保护柱, 固相萃取小柱等产品。欢迎广大用户电话咨询, 022-58693245/6/7。