

氨基甲酸酯类农残检测 解决方案

目录

第 1 章	氨基甲酸酯类农残检测.....	1
1.1	设备与试剂.....	1
1.2	实验方法.....	2
1.3	性能指标.....	4
第 2 章	系统配制.....	7
2.1	EClassical 3100 系统配置.....	7

前言

氨基甲酸酯类农药，是在有机磷酸酯之后发展起来的合成农药，氨基甲酸酯类农药一般无特殊气味，在酸性环境下稳定，遇碱分解。大多数品种毒性较有机磷酸酯类低。

氨基甲酸酯类农药用作农作物的杀虫剂，除草剂、杀菌剂等。其中氨基甲酸酯类杀虫剂以其作用迅速，选择性高，有些品种还具有强内吸性以及没有残留毒性等优点，被广泛使用，为农业发展提供了可靠保证。但是，农药也是“双刃剑”，若管理不好，使用不当会给人类带来危害。近年来，由于农药使用不合理，滥用而造成农作物药害，环境污染，农产品中农药残留超标，农药中毒事件时有发生，其中氨基甲酸酯类农药是农药急性中毒的主要原因，也是目前蔬菜中农药残留的重点检测品种。

根据统计，常用于检测蔬菜、水果中氨基甲酸酯类农残的方法包括气相色谱法（GC）、气相色谱-质谱法（GC-MS）、高效液相色谱法（HPLC）、液质连用法（LC-MS）等。由于高效液相色谱法具有分析快速、准确、灵敏、高效等众多优点，广泛被相关工作者使用及认可。

大连依利特分析仪器有限公司，结合《NYT 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》方法及相关文献中关于农残测定的要求，建立的氨基甲酸酯分析系统，提出了蔬果中氨基甲酸酯类农药残留检测的全套解决方案，并以苹果为样品进行了检测，实验结果能够达到标准中各项指标要求。

第1章 氨基甲酸酯类农残检测

1.1 设备与试剂

表1-1 所需化学试剂和溶液

序号	试剂和溶液	备注
1	甲醇	色谱纯
2	超纯水	18.2MΩ
3	氢氧化钠	分析纯
4	四硼酸钠	分析纯
5	邻苯二甲醛	分析纯
6	β-巯基乙醇	分析纯
7	氨基甲酸酯混标	50μg/mL

表 1-2 前处理设备配置包

序号	设备名称	规格级别	推荐品牌及型号
1	超声波清洗器	容积: 3L 功率120W 超声功率: 40KHz 抽气速率 (L/min): 20	天津奥特赛恩斯, AS3120
2	隔膜真空泵	极限压力真空度: ≥0.08MPa 电机功率: 160W 滤头孔径: 10μm	天津津腾, GM-0.33型
3	溶剂过滤器	筛板材质: 高硼硅玻璃 三角瓶容积: 1000 mL 最大称量: 100g	天津津腾, T-50.1L
4	电子天平	最小读数: 0.0001g 称盘尺寸: Φ90mm 最大转速: >4000r/min	沈阳龙腾, JD100-4
5	离心机	角转子容量: 6×50mL 角转子容量: 12×10mL 加热方式: 干式加热	湖南凯达, TG16G
6	氮吹仪	处理样品数: 12个 温控范围: >40℃ 加热功率: 160W 功率: 40W	天津因赛, PGC-01D
7	涡旋混合器	转速: 3000r/min 工作方式: 点动, 连续 工作台直径: Φ 55mm (橡胶)	江苏海门其林贝尔, QL-861
8	食品粉碎机	——	好厨宝, 多功能绞菜器
9	移液枪	量程: 100-1000μL, 增量: 5μL 量程: 1000-5000μL, 增量: 50uL	大龙仪器, TopPette单道手动可调移液器
10	玻璃漏斗	口径: 90mm	——

表 1-3 前处理耗材配置包

序号	名称	规格
1	一次性注射器	1mL
2	水系滤膜	φ50mm, 0.45μm
3	有机系滤膜	φ50mm, 0.45μm
4	塑料离心管	50mL
		10mL
		1mL
5	移液枪枪头	1mL
		5mL
6	定量滤纸	9cm(O.D.)
7	QuEChERS提取产品	容量: 50mL
		4g无水MgSO ₄ , 1.5g无水NaCl
8	QuEChERS净化产品	容量: 15 mL
		900mg无水MgSO ₄ , 300mgPSA

1.2 实验方法

【样品预处理】

- 标准品处理:

准确称取 10.0mg (精确到 0.1mg) 氨基甲酸酯标准品于 100mL 容量瓶中, 用甲醇溶解并定容至刻度, 配制成浓度为 100μg/mL 的标准储备液, 于 4℃ 避光保存。标准系列可采用上述储备液, 用甲醇逐级稀释。

- 样品处理:

本方法应用 QuEChERS 技术, 对样品进行前处理。QuEChERS 技术是将水溶液中的固体样品加盐后经过乙腈萃取, 然后通过液固萃取去除乙腈中存在的大部分干扰物, 最后通过一种或多种检测技术进行分析。

【测试条件】

- 流动相：水：甲醇（梯度）

表 1-4 梯度洗脱表

时间(min)	A（水%）	B（甲醇%）	梯度
0	85	15	1
9	50	50	1
16	10	90	0
19	10	90	1
19.1	85	15	0
28	85	15	0

- 色谱柱：Elite ACO 氨基甲酸酯类专用柱（5 μ m，4.6 $\times$ 250mm）
- 流速：1.0mL/min
- 检测器：荧光检测器 FLD
- 荧光检测器：激发波长：330nm；发射波长：465nm
- 进样量：10 μ L
- 柱温：42 $^{\circ}$ C

【典型谱图】

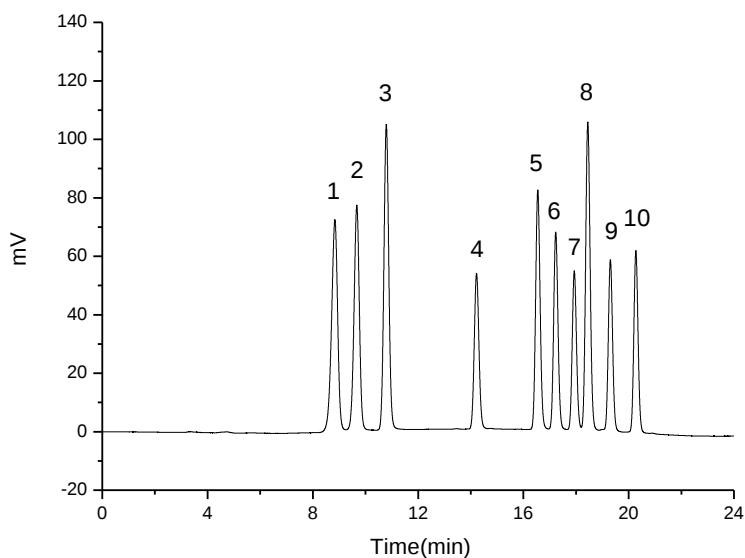


图 1-1 氨基甲酸酯类农药 10 种标准品谱图

1. 涕灭威亚砷 Aldicarb sulfoxide; 2. 涕灭威砷 Aldicarb sulfone ; 3. 灭多威 methomyl; 4. 3-羟基克百威 3-hydroxy carbofuran; 5. 涕灭威 Aldicarb; 6. 速灭威 Metolcarb; 7. 克百威 Carbofuran; 8. 甲萘威 Carbaryl; 9. 异丙威 Isoprocab; 10. 仲丁威 Fenobucarb

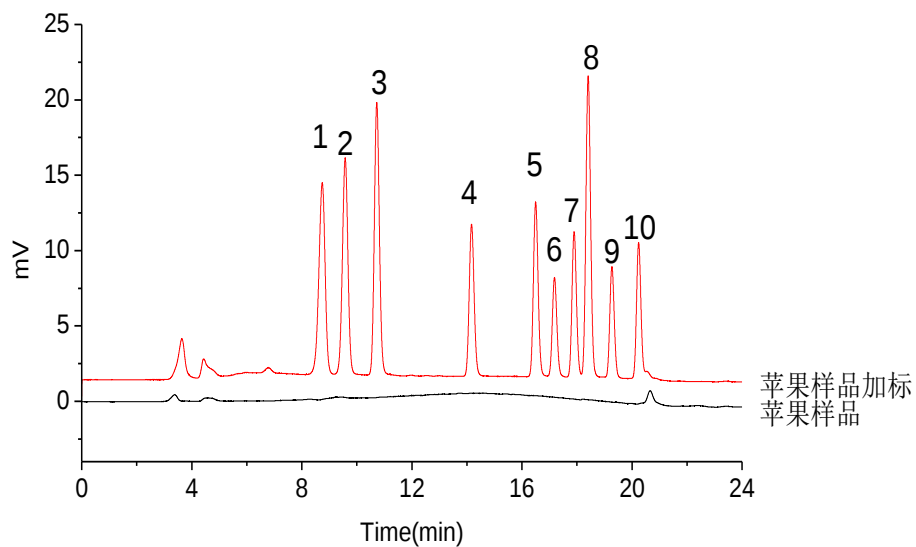


图 1-2 某苹果样品加标谱图

1.3 性能指标

【连续进样重复性】

连续进样 7 次，重复性测试结果如下：

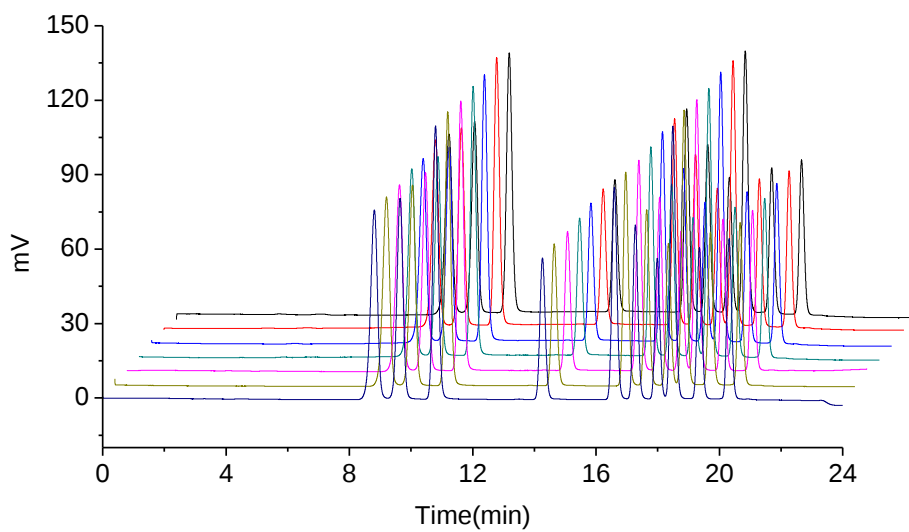


图 1-3 10 种氨基甲酸酯连续进样谱图叠加重叠谱图

表1-5 标准品连续进样7次重复性数据

编号	名称	保留时间 RSD 值	峰面积 RSD 值
1	涕灭威亚砷	0.21%	1.38%
2	涕灭威砷	0.23%	1.17%
3	灭多威	0.21%	1.14%
4	3-羟基克百威	0.16%	0.99%
5	涕灭威	0.09%	0.98%
6	速灭威	0.08%	1.00%
7	克百威	0.08%	1.00%
8	甲萘威	0.07%	1.00%
9	异丙威	0.08%	0.80%
10	仲丁威	0.08%	1.18%

【线性范围】

10 种氨基甲酸酯在 0.05~10.0 mg/L（测试浓度）范围内具有良好的线性相关性。

表1-6 氨基甲酸酯类农药线性相关性

峰号	名称	线性方程	线性相关系数
1	涕灭威亚砷	$Y=104.07x-4.6139$	$R=0.9999$
2	涕灭威砷	$Y=106.47x-4.5611$	$R=0.9999$
3	灭多威	$Y=140.42x-5.1506$	$R=0.9999$
4	3-羟基克百威	$Y=70.005x-2.9517$	$R=0.9999$
5	涕灭威	$Y=105.33x-4.2844$	$R=0.9999$
6	速灭威	$Y=84.315x-3.3494$	$R=0.9999$
7	克百威	$Y=57.280x-2.8600$	$R=0.9999$
8	甲萘威	$Y=122.17x-3.9678$	$R=0.9999$
9	异丙威	$Y=68.789x-2.7711$	$R=0.9999$
10	仲丁威	$Y=61.055x-3.1133$	$R=0.9999$

【方法检出限】

表1-7 方法检出限(S/N=3)

峰号	名称	方法检出限(mg/kg)
1	涕灭威亚砷	0.015
2	涕灭威砷	0.015
3	灭多威	0.010
4	3-羟基克百威	0.020
5	涕灭威	0.015
6	速灭威	0.015
7	克百威	0.025
8	甲萘威	0.010
9	异丙威	0.015
10	仲丁威	0.020

【方法回收率】

表1-8 某苹果样品加标回收率

峰号	名称	加标0.4μg		加标2.0μg	
		回收率%	RSD 值%	回收率%	RSD 值%
1	涕灭威亚砷	91.45	2.00	87.60	0.32
2	涕灭威砷	96.80	4.35	92.33	0.97
3	灭多威	95.22	2.62	86.89	5.05
4	3-羟基克百威	97.35	3.80	92.45	1.00
5	涕灭威	93.70	3.26	84.57	2.14
6	速灭威	84.15	8.90	75.20	5.85
7	克百威	100.37	1.75	89.10	2.90
8	甲萘威	100.00	2.45	93.65	1.05
9	异丙威	90.26	2.95	80.90	3.15
10	仲丁威	95.90	3.10	85.75	3.89

第2章 系统配制

2.1 EClassical3100 系统配置

表 2-1 液相色谱仪标准配置包

序号	名称	数量
梯度系统仪器配置		
1	RF-20A 荧光检测器	1 套
2	P3100 高压恒流泵	2 台
3	TD-1-15 梯度混合器	1 个
4	Rheodyne 7725i 高压六通进样阀	1 支
5	ZJ-1 阀支架	1 个
6	O3100 色谱柱恒温箱	1 台
7	A/D 适配器	1 台
8	色谱数据工作站	1 套
9	TP3100 溶剂瓶托盘	1 个
10	3100 系统工具包	
11	500mL 流动相储液瓶（棕色）、溶剂瓶塞、蓝盖	1 套
12	500mL 流动相储液瓶（透明）、溶剂瓶塞、蓝盖	3 套
柱后衍生系统仪器配置		
13	PD3100 柱后衍生反应器（含启动包）	1 套
14	P3100 高压恒流输液泵	2 台
色谱柱		
15	Elite ACO 氨基甲酸酯类专用柱	1 支
高级配置（更多功能，人性化配置，工作效率更高）		
16	M3100 溶剂管理器（含进口二元脱气机）	1 台
17	S3100 自动进样器	1 套

注：同等配置高效液相色谱仪亦可，具体情况请来电咨询

大连公司

公司地址：高新园区七贤岭学子街 2-2 号
公司电话：0411-84753333(总机)-转销售部
公司传真：0411-84732323
客服电话：400-66-35483
公司网址：<http://www.eliteHPLC.com>

**苏州公司**

苏州工业园区金鸡湖大道 99 号苏州纳米城西北区 14 栋 501
电话：0512-67997572

北京办事处

地址：北京市朝阳区汤立路 201 号东亚奥北中心南区 4 号楼 2 单元 2307 室
电话：13624984285

济南办事处

地址：山东省济南市历下区奥体西路 1222 号力高国际 10 楼 1-1816 室
电话：18842689516

上海办事处

地址：徐汇区梅陇路 130 号华东理工大学实验四楼 204 室
电话：15140566435

武汉办事处

地址：武汉市洪山区鸿桂苑东区 1 栋 1 单元 2501
电话：18842683216

南京办事处

地址：江苏省南京市建邺区云锦路 45 号万达东坊 14 幢 608 室
电话：13951643881

厦门办事处

地址：厦门市集美区鱼福三里 383 号 127 单元
电话：18842685196

西安办事处

地址：陕西省西安市西稍门十字西南角柠檬宫舍 11505 室
电话：18842681836

广州办事处

地址：广州市白云区东兴二街 3 号擎山苑 C2 栋 1404 房
电话：18842683616

成都办事处

地址：成都武侯区九兴大道 6 号高发大厦 A 座 610
电话：18842681865