

解决方案

全自动固相萃取-高效液相色谱法测定小麦中9种氨基甲酸酯类农药及其代谢物

关键词

全自动固相萃取；HPLC；氨基甲酸酯类农药

介绍

氨基甲酸酯类化合物是在有机磷农药之后发展起来的杀虫剂和除草剂，因其高效、低毒、残留期短等特点，在农作物保护中有广泛的使用，但随之而来的农药残留等问题更需引起重视。本文参考GB23200.112-2018《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》，采用睿科全自动固相萃取系统和柱后衍-荧光检测的高效液相色谱法对小麦中氨基甲酸酯类农药及其代谢物进行多残留的快速测定，平均回收率在76.4%~103.5%，平均相对标准偏差小于5%。



小麦中9种氨基甲酸酯类农药及其代谢物残留量的测定

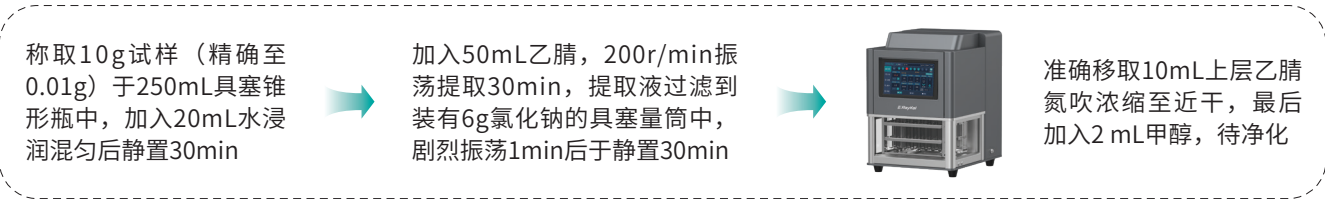
氨基甲酸酯类化合物是在有机磷农药之后发展起来的杀虫剂和除草剂，因其高效、低毒、残留期短等特点，在农作物保护中有广泛的使用，但随之而来的农药残留等问题更需引起重视。本文参考《GB 23200.112-2018 食品安全国家标准 植物源性食品中9种氨基甲酸酯类农药及其代谢物残留量的测定 液相色谱-柱后衍生法》，采用睿科全自动固相萃取系统和柱后衍-荧光检测的高效液相色谱法对小麦中氨基甲酸酯类农药及其代谢物进行多残留的快速测定，平均回收率在76.4%~103.5%，平均相对标准偏差小于5%。

仪器、耗材与试剂

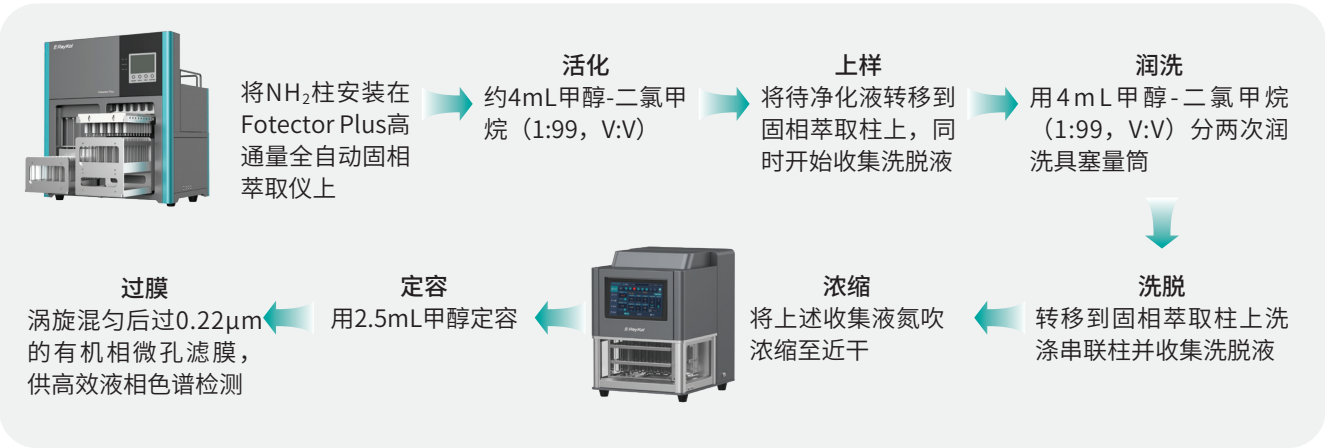
仪器	RayKol Fotector Plus高通量全自动固相萃取仪
	RayKol Auto EVA 80高通量全自动平行浓缩仪
	Agilent 1260高效液相色谱（HPLC）
耗材	NH ₂ 固相萃取柱（RayCure NH ₂ ，500mg/6mL），货号：RC-204-16104
试剂	乙腈：HPLC级
	甲醇：HPLC级
	二氯甲烷：HPLC级
	氨基甲酸酯类化合物标准储备溶液：1000 mg/L，甲醇
	OPA试剂: 将称取50.0mg邻苯二甲醛溶于5mL甲醇，混匀；再讲1.0g2-二甲氨基乙硫醇盐酸盐溶于5mL十四水硼酸钠溶液（4g/L），混匀。将上述2种溶于倒入490mL十四水硼酸钠溶液（4g/L）中，混匀
	氢氧化钠溶液（0.05 mol/L）：将2.0 g氢氧化钠用水溶解并定容至1000 mL，混匀备用

样品处理

提取



净化



固相萃取净化条件

全自动固相萃取仪	睿科Fotector Plus.				
固相萃取柱	NH ₂ 固相萃取柱				
淋洗液	甲醇：二氯甲烷（1：99）				
命令	溶剂	排出	流速（mL/min）	体积（mL）	时间（min）
清洗样品通道	甲醇		40	5	1.7
活化	甲醇：二氯甲烷（1：99）	废液1	5	4	1.5
上样		收集	1	2	2.4
清洗样品瓶	甲醇：二氯甲烷（1：99）	收集	60	2	3
清洗样品瓶	甲醇：二氯甲烷（1：99）	收集	60	2	3
气推		收集	20	2	0.5

图-1. Fotector Plus固相萃取方法

液相色谱条件

色谱柱	Waters XBridge C ₈ (150 mm×4.6 mm×5 μm)
流动相	A: H ₂ O; B:Methanol
柱温	42 °C
进样体积	10μL
检测器	荧光检测器
激发、发射波长	激发 330nm, 发射波长465nm
梯度洗脱程序	起始85%水, 2min内降至75%, 保持4.5min; 4min降至60%, 保持17.5min; 5min内降至20%, 保持2 min; 然后降至0%, 保持2min; 最后升至85%
柱后衍生条件	0.05mol/LNaOH, 流速0.3mL/min; OPA试剂, 流速0.3mL/min; 水解温度100°C; 衍生温度, 25 °C

结果与讨论

基质标准工作曲线

将9种氨基甲酸酯类化合物及其代谢物混合标准储备液（1000μg/mL）用甲醇配制成标准混合使用溶液（1μg/mL），再配制成10.0μg/L，20.0μg/L，50.0 μg/L，100.0μg/L、200.0μg/L的系列标准工作溶液。也可根据目标物浓度配制其他浓度水平的标准系列。再将空白基质溶液用Auto EVA 80高通量全自动平行浓缩仪氮吹干后，分别加入1mL上述标准工作溶液复溶，过0.22μm的有机相微孔滤膜配制成系列基质工作溶液，供高效液相色谱仪测定。

基质加标回收实验

空白小麦试样中添加水平为100μg/L的氨基甲酸酯类化合物的平均回收率和RSD结果如右表-1所示。

表-1. 回收率和相对标准偏差 (n=4)

名称	100 μg/L	
	平均回收率(%)	RSD(%)
涕灭威亚砷	77.1	2.5
涕灭威砷	76.4	3.1
灭多威	88.3	3.8
3-羟基克百威	82.5	4.8
涕灭威	96.7	3.7
速灭威	83.1	2.4
残杀威	89.6	1.9
克百威	86.7	2.7
甲萘威	95.8	2.5
异丙威	103.5	1.2
混杀威	90.3	2.2
仲丁威	92.8	3.6

总结

· 本文采用固相萃取-高效液相色谱法测定小麦中9种氨基甲酸酯类农药及其3种代谢物：基于全自动固相萃取对样品提取液的富集和净化，萃取的氨基甲酸酯类农药先经色谱柱分离，在柱后反应装置中，因其带有甲胺基团（-NHCH₃）可在碱性条件下水解产生甲胺，甲胺与OPA反应生成1-（2-羟乙基）噻嗪-2-甲基异吲哚，最后经荧光检测器检测。

- 提取过程中需要准确量取以及分取乙腈的体积，不准确会造成回收率偏低或者偏高。
- 本方法使用睿科Fotector Plus高通量全自动固相萃取仪可实现净化过程的自动化，从活化到上样、洗脱一步到位；最多一天能够处理180个样品，高效便捷地完成固相萃取过程。同时搭配睿科Auto EVA 80高通量全自动平行浓缩仪进行浓缩，应注意的是进行氮吹浓缩样液时不可吹干，否则回收率会有所损失，应蒸发至近干后再复溶。Fotector Plus和Auto EVA 80的样品架可兼容使用，无需进行样品转移，操作连贯简便，避免样品的损失。



睿科集团股份有限公司
RayKol Group Corp., Ltd.

智能化、自动化实验室整体解决方案

网址: www.raykol.com

电话: 400-885-1816

邮箱: info@raykol.com



本文中的信息、说明和技术指标如有变更, 恕不另行通知

© 睿科集团股份有限公司

2020 年 10 月版