



# HPLC 法迅速分析农产品中残留 农药N-甲基氨基甲酸酯

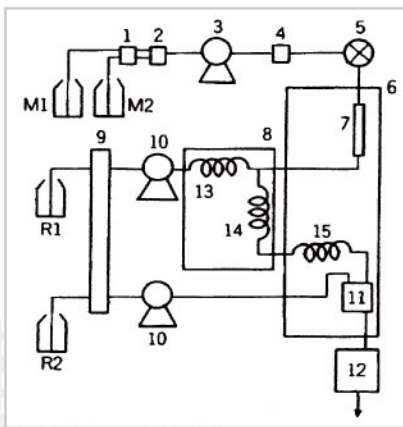
**No.LC-002**

**摘要：**采用快速前处理结合快速液相色谱分析，实现了氨基甲酸酯类农药的快速分析，分析时间可控制在1个半小时以内。

**关键词：**快速HPLC 氨基甲酸酯 农药残留

作为杀虫剂和除草剂广泛使用的N-甲基氨基甲酸酯是造成全身性伤害的代表性农药，掌握这些农药在农作物中的残留情况极为重要。1994年日本厚生省发布了官报，将OPA柱后衍生荧光检测法检测N-甲基氨基甲酸酯农药作为常规分析方法（系统配置见图1）。但

如在分析中使用5 $\mu$ m粒径的常规分析柱，耗时较多，再加上复杂的前处理，耗时更多。为提高工作效率，缩短分析周期，我们联合了快速前处理法QuEChERS和快速分析柱的使用，将此类农药的分析周期控制到了1个半小时以内。



- 1.脱气机    2.低压梯度单元    3.流动相输液泵  
4.混合器    5.自动进样器    6.柱箱  
7.分析柱    8.化学反应槽    9.脱气机  
10.衍生试剂输液泵    11.混合器    12.荧光检测器  
13.阻尼器    14.反应环    15. 反应环  
M1,M2.流动相    R1,R2. 衍生试剂溶液

图 1、OPA柱后衍生荧光检测法系统配置图

表 1 传统分析方法和快速分析方法的比较表

		传统分析方法	快速分析方法
分析条件	分析柱	Shim-pack VP-ODS 150mmL.×4.6mmI.D.	Shim-pack FC-ODS 75mmL.×4.6mmI.D.
	流动相	A→B 梯度洗脱 A: 10%甲醇 B: 90%甲醇	A→B 梯度洗脱 A: 水 B: 40%甲醇
	流速	0.8mL/min	流速: 1.0mL/min
	温度	50℃	
检测条件	衍生剂 1	50mMNaOH	
	温度	100℃	
	流速	0.5mL/min	
	衍生剂 2	OPA 衍生剂	
	温度	50℃	
	流速	0.5mL/min	
检测	RF-10AXL Ex=340nm, Em=445nm		

## 实验及结果

本次实验采用以3  $\mu\text{m}$ 粒径的高纯硅胶作填料的快速分析柱Shim-pack FC-ODS (75mm长), 它的理论塔板数与常规ODS柱 (150mm长) 相当, 且可承受与常规柱相同的流速。因此可在不改变系统配置 (图1) 的条件下将氨基甲酸酯类分析时间减少一半 (见表1、图2)。

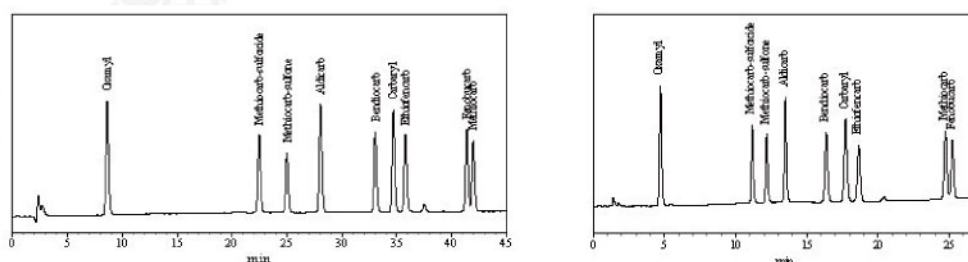


图2 使用常规柱 (上) 和快速柱 (下) 的色谱图比较

本实验同时应用了简单的QuEChERS前处理法 (图3)。该处理法操作简单, 处理一个样品大约需半个小时的时间, 且在其他类农残分析中已得到了比较好的结果。本次实验首次将其应用于氨基甲酸酯类农残前处理, 同样得到了良好的结果 (图4、5)。从所做样品来看, 除极个别受到背景影响的组分外, 回收率可控制在75%–105%之间。

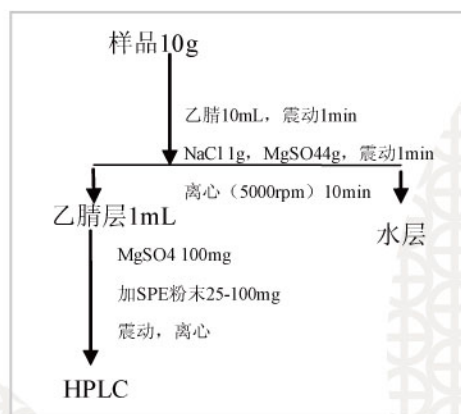


图3 QuEChERS前处理法流程图

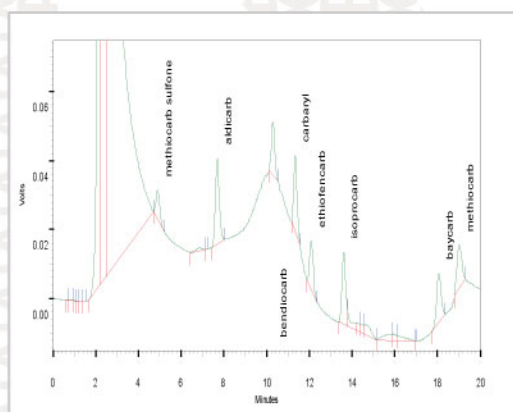


图4 菠菜的分析

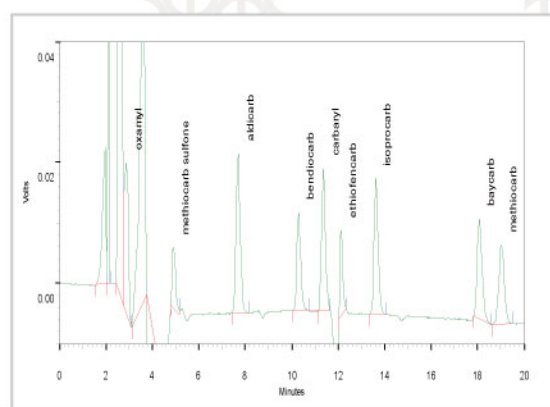


图5 柠檬的分析