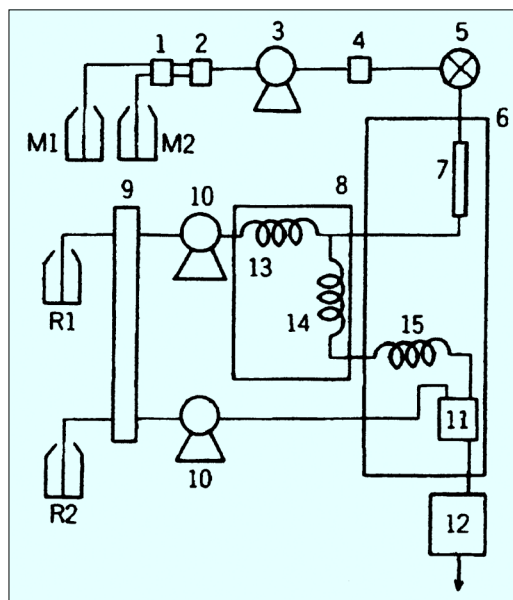


HPLC 法迅速分析农产品中残留农药

N- 甲基氨基甲酸酯

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的快速分析，分析时间可控制在1个半小时以内。

前言 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年日本原生省发布了官报，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 μ 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 μ 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)。

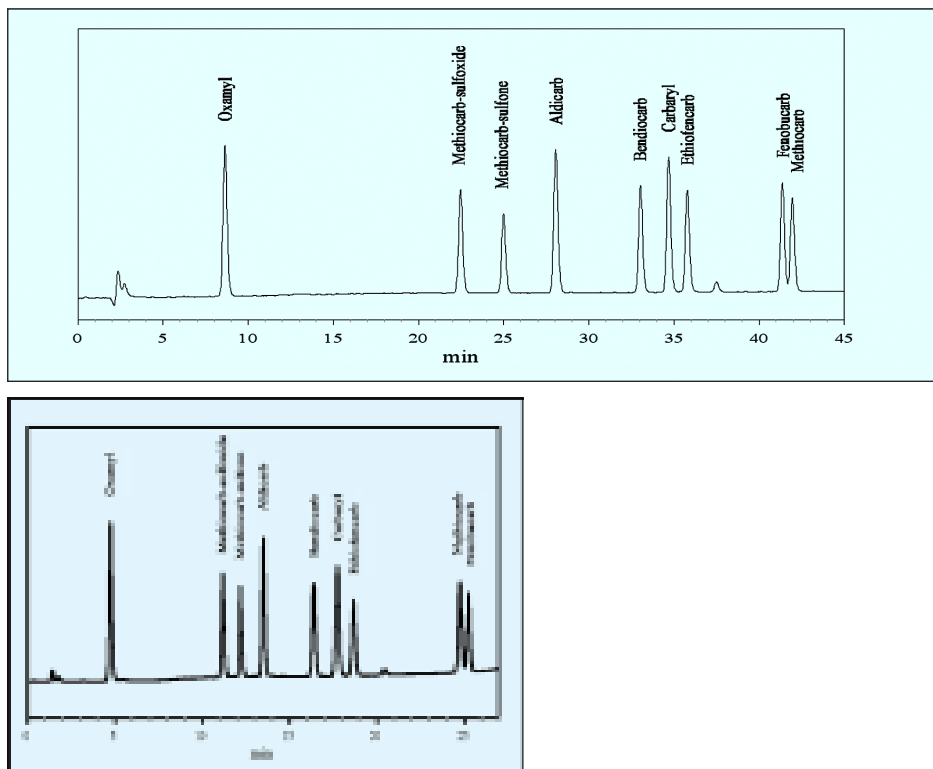


图 2 使用常规柱 (上) 和快速柱 (下) 的色谱图比较

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, 但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。

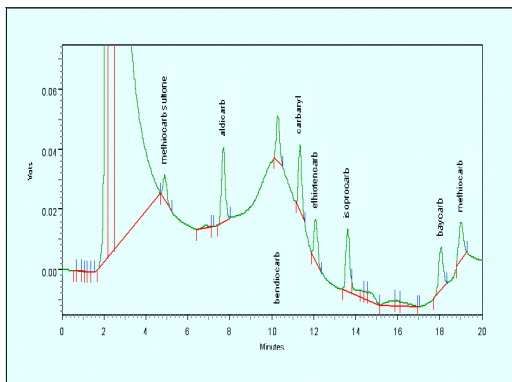
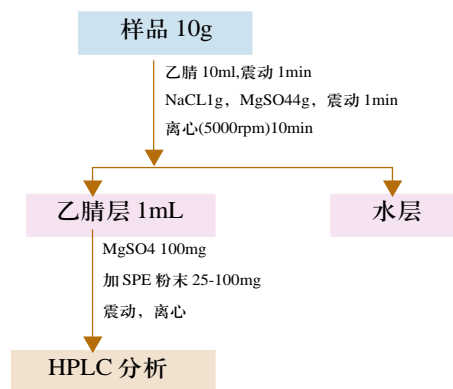


图 4 菠菜的分析

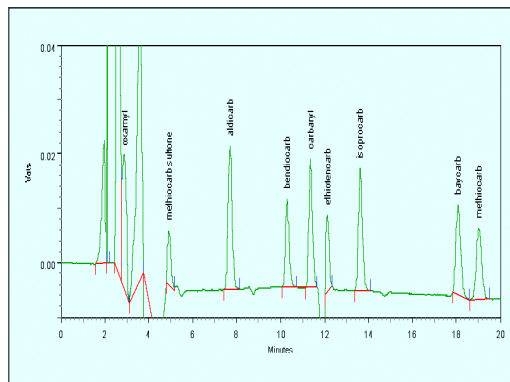


图 5 柠檬的分析