

## 筑牢食品安全防线！9 种氨基甲酸酯类农药及代谢产物 精准检测方案高效锁定

**前言:**目前蔬菜中农药残留较为严重的有：氨基甲酸酯类、有机磷类农药。常见的氨基甲酸酯类农药包括：涕灭威、甲萘威、克百威、仲丁威等，该类农药会抑制体内乙酰胆碱酯酶，使它失去分解乙酰胆碱的功能，造成组织内乙酰胆碱的蓄积而中毒。

目前报道检测氨基甲酸酯类农药的方法主要有色谱法、光谱法、质谱法等。光谱法利用物质的光谱特征对已知物进行定性定量分析，该类分析方法简单但易干扰。采用气质联用法和液质联用法也可测试该类农药，方法灵敏度高但操作较复杂，且需要昂贵的质谱仪器作为检测器。本应用参考《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产物残留量的测定 液相色谱-柱后衍生法》，采用液相色谱与柱后衍生联用，荧光检测器进行检测的方法，既提高了检测灵敏度又有较好的抗干扰能力。

### 实验部分

#### 1. 仪器设备

Leaps 高效液相色谱仪：双三元梯度泵 P60、自动进样器 A10C、柱温箱 C10、荧光检测器 D50、柱后衍生装置 R10（500  $\mu$ L 反应器）

#### 2. 溶液配制

氢氧化钠溶液（0.05 mol/L）：称取 2.0 g 氢氧化钠，用纯水定容至 1000 mL。

十水四硼酸钠溶液（4 g/L）：称取 4.0 g 十水四硼酸钠，用纯水定容至 1000 mL。



**OPA 试剂:**称取 100.0 mg 邻苯二甲醛溶于 10 mL 甲醇中,再移取 3 mL 2-巯基乙醇至 10 mL 十水四硼酸钠溶液中,把两种溶液倒入 980 mL 十水四硼酸钠溶液中,超声混匀。

**标准储备液 (10 µg/mL):**取 12 种氨基甲酸酯类农残混标 (GB23200.112-2018) 1 mL, 用甲醇定容至 10 mL 棕色容量瓶中。

**标准曲线配制:**取适量标准储备液用甲醇水(1:1)稀释,得到浓度 0.01 µg/mL、0.02 µg/mL、0.05 µg/mL、0.1 µg/mL、0.2 µg/mL、0.5 µg/mL、1.0 µg/mL 的曲线溶液。

### 3. 色谱条件

**流动相:** A: 水; B: 甲醇

**色谱柱:** Lotus C8 色谱柱, 4.6 mm\*250 mm, 5 µm

**进样量:** 30 µL

**柱温箱温度:** 42 °C

**荧光检测器:** 激发波长: 330 nm、发射波长: 465 nm

**水解液:** 0.05 mol/L 氢氧化钠溶液, 流速: 0.3 mL/min, 水解温度: 100 °C

**衍生液:** OPA 试剂, 流速: 0.3 mL/min, 衍生温度: 室温

**梯度洗脱表:**

| 时间 (min) | 流速 (mL/min) | A% (水) | B% (甲醇) |
|----------|-------------|--------|---------|
| 0.01     | 1.0         | 80     | 20      |
| 15       | 1.0         | 66     | 34      |
| 38       | 1.0         | 55     | 45      |
| 47       | 1.0         | 45     | 55      |



|      |     |    |     |
|------|-----|----|-----|
| 52   | 1.0 | 20 | 80  |
| 52.1 | 1.0 | 0  | 100 |
| 55   | 1.0 | 0  | 100 |
| 55.1 | 1.0 | 80 | 20  |
| 65   | 1.0 | 80 | 20  |

## 4. 实验结果

### 1. 标准谱图

由图 1 氨基甲酸酯典型色谱图可以看出，12 种氨基甲酸酯均实现基线分离。

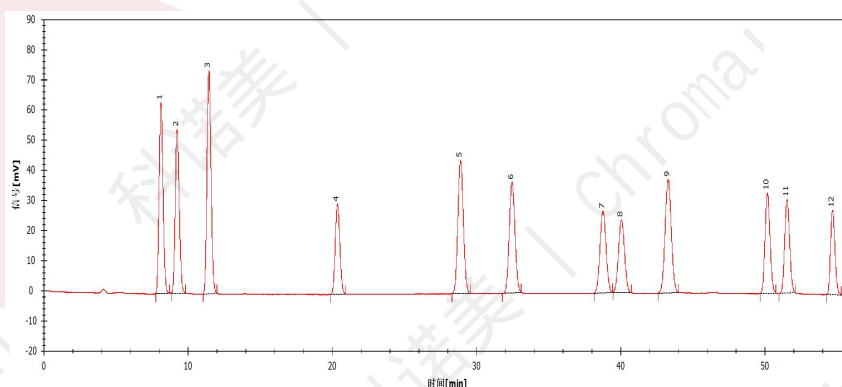


图 1 12 种氨基甲酸酯典型色谱图

(1-涕灭威亚砷；2-涕灭威砷；3-灭多威；4-三羟基克百威；5-涕灭威；6-速灭威；7-残杀威；  
8-克百威；9-甲萘威；10-异丙威；11-混杀威；12-仲丁威)

### 2. 线性及检出限

依次将标准曲线溶液 0.02  $\mu\text{g/mL}$ 、0.05  $\mu\text{g/mL}$ 、0.1  $\mu\text{g/mL}$ 、0.2  $\mu\text{g/mL}$ 、0.5  $\mu\text{g/mL}$ 、  
1.0  $\mu\text{g/mL}$  按浓度从低到高进样，以浓度-峰面积绘制标准曲线。各氨基甲酸酯在线性范围内相



关系数均大于 0.9999。

表 1 线性及检出限结果表

| 序号 | 化合物名称  | 线性范围<br>( $\mu\text{g/mL}$ ) | 线性方程               | 相关系数   | 检出限<br>( $\mu\text{g/mL}$ ) |
|----|--------|------------------------------|--------------------|--------|-----------------------------|
| 1  | 涕灭威亚砷  | 0.02~1.0                     | $y=1196.3x+1.6860$ | 0.9999 | 0.0026                      |
| 2  | 涕灭威砷   | 0.02~1.0                     | $y=1042.8x-0.6515$ | 0.9999 | 0.0033                      |
| 3  | 灭多威    | 0.02~1.0                     | $y=1463.0x-0.0941$ | 0.9999 | 0.0024                      |
| 4  | 三羟基克百威 | 0.02~1.0                     | $y=672.7x+0.0347$  | 0.9999 | 0.0053                      |
| 5  | 涕灭威    | 0.02~1.0                     | $y=1175.0x+0.1018$ | 0.9999 | 0.0042                      |
| 6  | 速灭威    | 0.02~1.0                     | $y=1029.4x+0.6467$ | 0.9999 | 0.0045                      |
| 7  | 残杀威    | 0.02~1.0                     | $y=789.5x+1.5616$  | 0.9999 | 0.0057                      |
| 8  | 克百威    | 0.02~1.0                     | $y=706.5x-0.5810$  | 0.9999 | 0.0060                      |
| 9  | 甲萘威    | 0.02~1.0                     | $y=1139.2x-2.3958$ | 0.9999 | 0.0043                      |
| 10 | 异丙威    | 0.02~1.0                     | $y=800.5x+1.4746$  | 0.9999 | 0.0045                      |
| 11 | 混杀威    | 0.02~1.0                     | $y=754.6x-0.4662$  | 0.9999 | 0.0046                      |
| 12 | 仲丁威    | 0.02~1.0                     | $y=598.16x+1.9821$ | 0.9999 | 0.0057                      |

### 3. 重复性

将 0.2  $\mu\text{g/mL}$  浓度的溶液重复进样 6 次，计算保留时间与峰面积的重复性，结果如表 2 所示。12 种化合物保留时间 RSD% 均小于 0.15%，峰面积 RSD% 均小于 2%。



表 2 重复性结果表

| 序号 | 化合物名称  | 保留时间 RSD% | 峰面积 RSD% |
|----|--------|-----------|----------|
| 1  | 涕灭威亚砷  | 0.11%     | 0.84%    |
| 2  | 涕灭威砷   | 0.07%     | 1.94%    |
| 3  | 灭多威    | 0.11%     | 1.53%    |
| 4  | 三羟基克百威 | 0.05%     | 1.18%    |
| 5  | 涕灭威    | 0.06%     | 1.17%    |
| 6  | 速灭威    | 0.07%     | 1.43%    |
| 7  | 残杀威    | 0.08%     | 1.41%    |
| 8  | 克百威    | 0.05%     | 1.67%    |
| 9  | 甲萘威    | 0.06%     | 1.56%    |
| 10 | 异丙威    | 0.04%     | 1.99%    |
| 11 | 混杀威    | 0.03%     | 1.38%    |
| 12 | 仲丁威    | 0.02%     | 1.71%    |



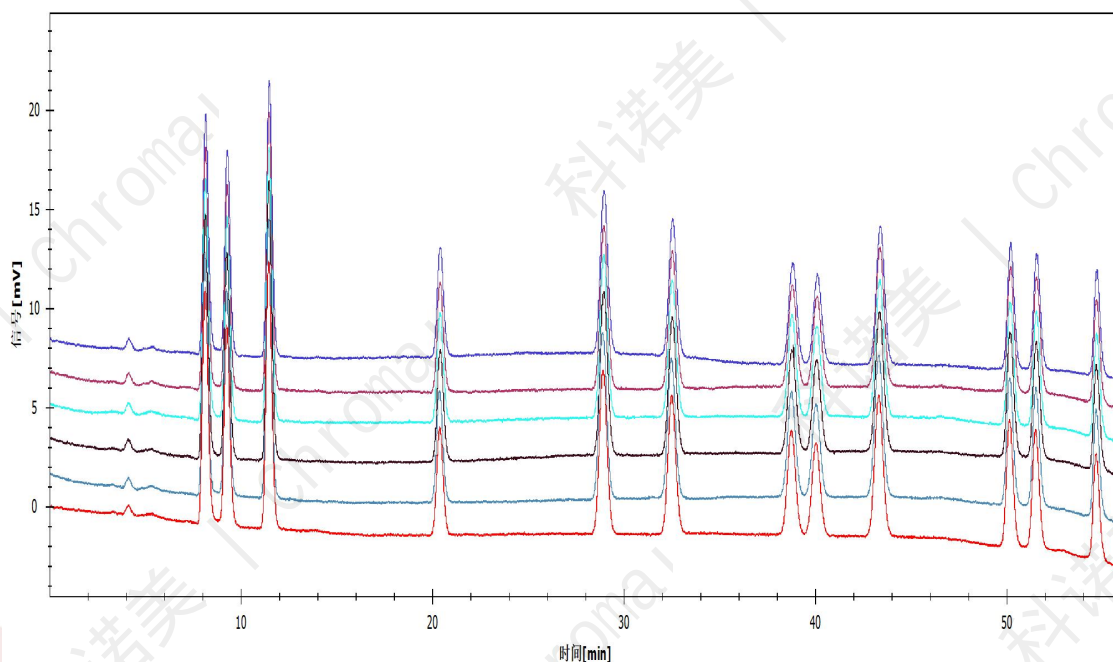


图 2 12 种氨基甲酸酯重复性色谱图

## 结论

本应用方案采用 Chromai Leaps 超高效液相色谱仪，搭配 R10 柱后衍生装置，对植物源性食品中 9 种氨基甲酸酯类农药及其代谢产物残留量进行测定。各化合物在线性范围内，相关系数均大于 0.9999；保留时间 RSD% 均小于 0.15%，峰面积 RSD% 均小于 2.0 %；检出限浓度低于 0.006  $\mu\text{g/mL}$ 。本方案自动化程度高，稳定性好，灵敏度高，过程操作简便，适用于植物源性食品中氨基甲酸酯类农药的残留量测定。

