

HJ 960-2018 氨基甲酸酯类农药的测定 解决方案

柱后衍生-高效液相色谱法

1. 背景介绍:

N-氨基甲酸酯类农药作为杀虫剂和除草剂被广泛使用，其在农产品中的残留也早已成为问题。2018年7月29日发布的我国环境保护标准 HJ 960-2018 中，柱分离后在线水解生成的甲胺进行荧光衍生的检测方法作为土壤和沉淀物中 10 种氨基甲酸酯类农药的测定。

检测原理：土壤或沉积物中的氨基甲酸酯类农药经有机溶剂提取、固相萃取柱净化、浓缩、定容、用液相色谱柱分离后，在碱性条件下水解生成甲胺，与衍生化试剂反应生成具有强荧光物质，用荧光检测器测定。根据保留时间定性，外标法定量。

2. 仪器及测试条件:

仪器条件

EasySep®3030 液相色谱系统（含 EasySep®3030 二元梯度输液泵、自动进样器 AS2000、荧光检测器、柱温箱）

色谱柱：C8 (4mm*250mm, 5 μ m)

氨基甲酸酯柱后衍生系统，可自动完成衍生反应

色谱条件:

流动相：A 乙腈，B 水，梯度洗脱；流速：0.8 mL/min

梯度洗脱程序

时间 (min)	流动相 A	流动相 B
0	12	88
2	12	88
42	66	34
45	100	0
48	12	88

进样体积：15 μ L；柱温：37 $^{\circ}$ C；

荧光检测器：激发波长 330nm，定量发射波长 460nm，定性发射波长 435nm

柱后衍生条件:

一级水解反应:

水解液：氢氧化钠溶液，c(NaOH)=0.05 mol/L；水解温度：100 $^{\circ}$ C；流量：0.4 mL/min

二级衍生反应:

衍生化试剂：1) 称取 0.1 g 邻苯二甲醛，溶于 10 mL 甲醇。2) 移取 200 μ L 2-巯基乙醇或称取 2.0 g 2-二甲氨基乙硫醇盐酸盐，溶于 10 mL 四硼酸钠溶液 ($c(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O})=0.05$ mol/L)。将上述两种溶液 1)和 2)混合后用四硼酸钠溶液 ($c(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O})=0.05$ mol/L) 稀释至 1L。

衍生温度：35 $^{\circ}\text{C}$ ；流量：0.5 mL/min

3. 测试结果

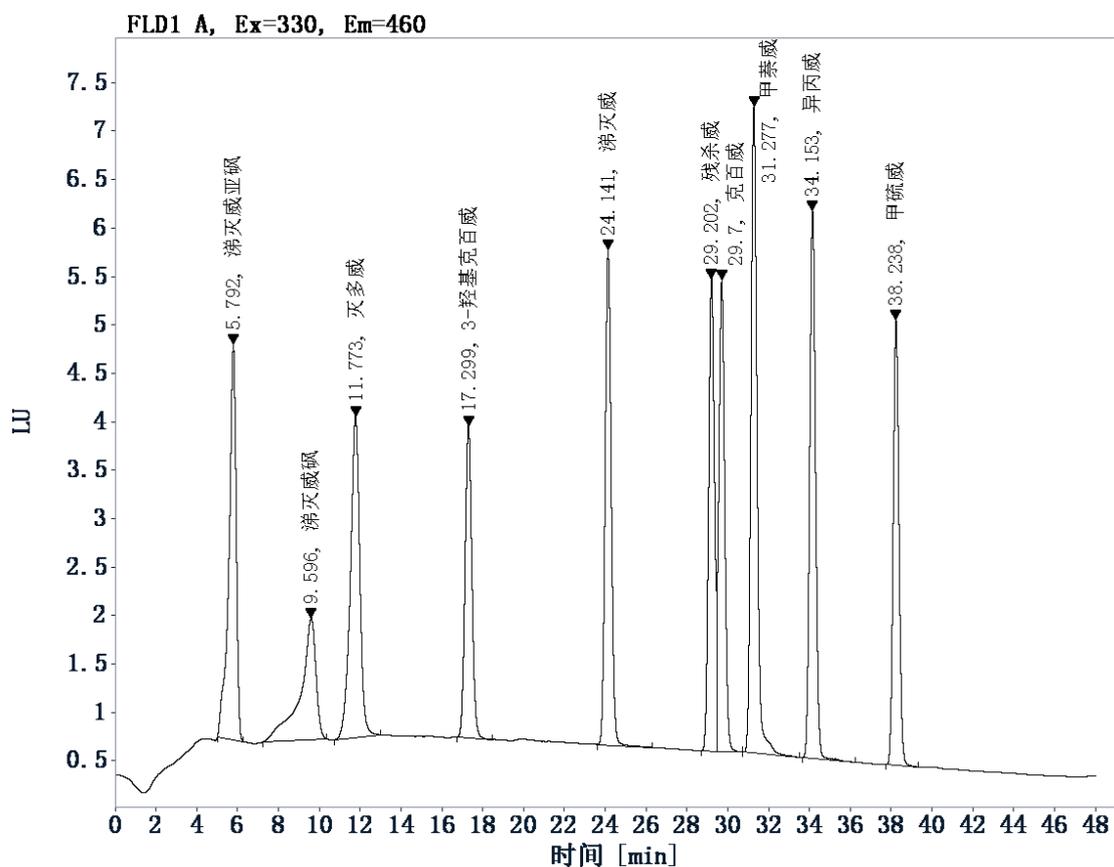


图 1 标准溶液色谱图

4. 结论

采用 EasySep @3030 液相色谱系统，配备荧光检测器，借助 Bischoff ProntoSIL KromaPlus C8 (250 \times 4.0 mm, 5 μ m) 色谱柱，可以实现氨基甲酸酯类农药的有效测定，可以满足日常分析要求。

5.配置列表

仪器配置	EasySep®3030 高效液相色谱仪（配二元高压梯度泵、AS2000 自动进样器、荧光检测器、柱温箱）
	Unimicro 色谱工作站
	氨基甲酸酯柱后衍生系统，可自动完成衍生反应
	Bischoff ProntoSIL KromaPlus C8 (250×4.0mm, 5µm) (货号：2504E080PK050)

unimicrotech.com.cn

地址：上海市浦东新区张江高科技园区松涛路489号C01座
邮编：201203
电话：021-38953588 50801569（技术服务专线）
传真：021-38953636
邮箱：info@unimicrotech.com.cn
网址：www.unimicrotech.com.cn

融
液
贯
见
通
微
知
著

