

# 液相色谱法测定水质 6 种苯氧羧酸类除草剂和麦草畏含量

LC-394

**摘要：** 本文参照 HJ 1267-2022《水质 6 种苯氧羧酸类除草剂和麦草畏的测定 高效液相色谱法》，建立了液相色谱法测定水质 6 种苯氧羧酸类除草剂和麦草畏含量的分析方法。该方法中，6 种苯氧羧酸类除草剂和麦草畏在 0.020~4.00 mg/L 线性范围内线性良好，相关系数大于 0.9995，准确度为 97.0~104.7%；精密度实验中，0.040 mg/L 混合标准溶液重复分析 6 次，各目标化合物保留时间 RSD 为 0.056~0.080%，峰面积 RSD 为 0.327~0.991%，精密度良好。实际样品加标实验中，各目标化合物 10、100 和 400  $\mu\text{g/L}$  加标回收率为 90.5~96.0%。实验结果表明，该方法能准确地测定水质 6 种苯氧羧酸类除草剂和麦草畏含量。

**关键词：** 液相色谱法 水质 6 种苯氧羧酸类除草剂和麦草畏

## 技术特点：

❖ 此方法参照 HJ 1267-2022《水质 6 种苯氧羧酸类除草剂和麦草畏的测定 高效液相色谱法》检测方法，完全满足标准要求。

在农业生产中，苯氧羧酸类除草剂和麦草畏因成本低、效果好、除草谱广而被大量使用。但其极性大、水溶性强，在水环境中难降解，会长期残留，且极易通过地表径流和渗透等迁移方式进入各类水体中，从而影响水质安全。研究证明，苯氧羧酸类除草剂和麦草畏对人体具有毒害作用，可能引发人

类软组织恶性肿瘤，干扰内分泌系统，对动物的胎盘、脑组织等也有危害。

本文采用液相色谱法测定水质中 6 种苯氧羧酸类除草剂和麦草畏的含量，操作性和实用性强，可供相关检测参考。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

本实验采用岛津 LC-40D 液相色谱仪，配置信息如下：

系统控制器：	CBM-40A lite	脱气机：	DGU-403
输液泵：	LC-40D	进样器：	SIL-40
柱温箱：	CTO-40S	检测器：	SPD-40

### 1.2 分析条件

色谱柱：	Shim-pack Scepter C8-120 (150 mm×4.6 mm I.D., 3 $\mu\text{m}$ , 岛津(上海)实验器材有限公司, P/N: 227-31037-05)		
流动相：	A 相 - 磷酸水溶液 (pH=3.0), B 相 - 甲醇		
流速：	0.5 mL/min	柱温：	40°C
进样量：	20 $\mu\text{L}$	运行时间：	50 min
洗脱方式：	梯度系统, B 相初始浓度为 50%, 时间程序见表 1。	检测波长：	230 nm

表 1 流动相梯度洗脱程序

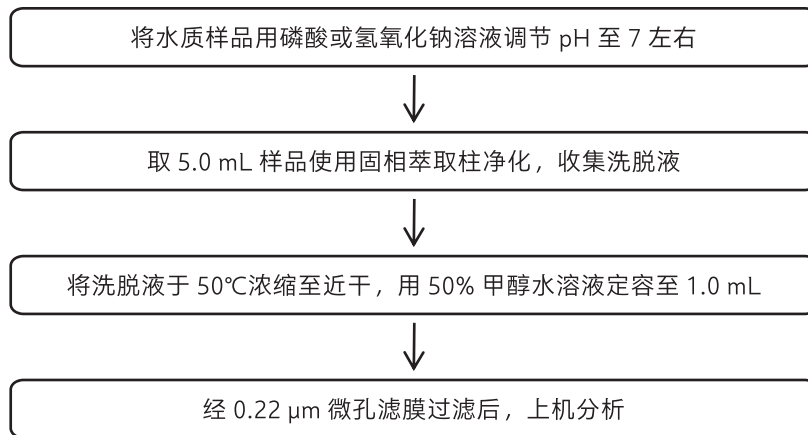
时间 (min)	单元	处理命令	值
0	泵	B.Conc	50
1	泵	B.Conc	50
23	泵	B.Conc	70
30	泵	B.Conc	70
30.1	泵	B.Conc	50
50	泵	Stop	

### 1.3 标准溶液配制

苯氧羧酸类除草剂和麦草畏混合标准储备液：各目标化合物浓度均为 1.00 mg/mL。

苯氧羧酸类除草剂和麦草畏标准溶液：分别取适量混合标准储备液，用 50% 甲醇水溶液稀释成浓度分别为 0.020、0.040、0.400、1.00、2.00、4.00 mg/L 的混合标准溶液。

### 1.4 样品前处理



## ■ 结果与讨论

### 2.1 标准溶液色谱图

按照 1.2 分析条件，分析 0.400 mg/L 的苯氧羧酸类除草剂和麦草畏标准溶液，得到色谱图如图 1 所示，相关化合物信息见表 2。

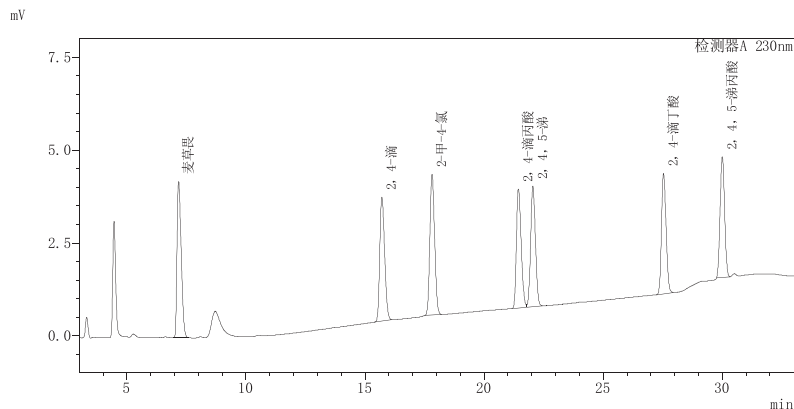


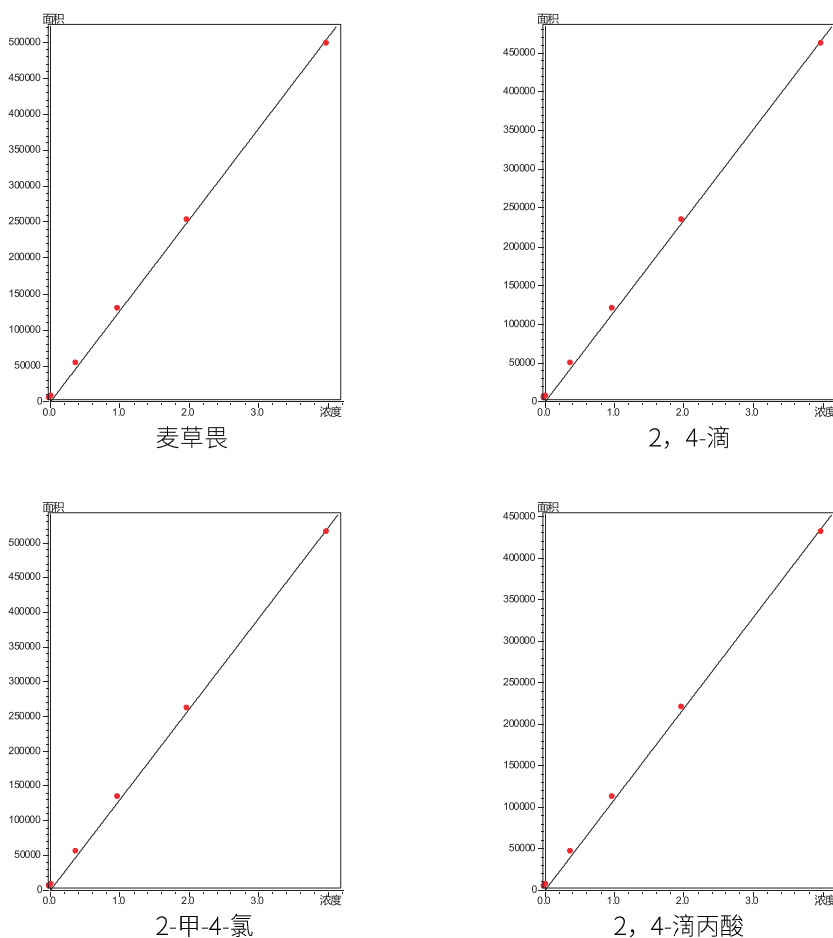
图 1 苯氧羧酸类除草剂和麦草畏混合标准溶液 (0.400 mg/L) 色谱图

表 2 混合标准溶液中苯氧羧酸类除草剂和麦草畏化合物信息

#	化合物	英文名称或缩写	CAS 号	保留时间 (min)
1	麦草畏	Dicamba	1918-00-9	7.176
2	2,4- 滴	2,4-D	94-75-7	15.708
3	2- 甲 -4- 氯	MCPA	94-74-6	17.815
4	2,4- 滴丙酸	2,4-DP 或 dichlorprop	120-36-5	21.439
5	2,4,5- 涕	2,4,5-T	93-76-5	22.046
6	2,4- 滴丁酸	2,4-DB	94-82-6	27.531
7	2,4,5- 涕丙酸	2,4,5-TP 或 fenoprop	93-72-1	29.999

## 2.2 校准曲线

按照 1.2 分析条件进行测定，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，采用外标法建立校准曲线，结果如图 2 所示。苯氧羧酸类除草剂和麦草畏在 0.020~4.00 mg/L 线性范围内线性良好，相关系数大于 0.9995，准确度为 97.0~104.7%。根据 0.020 mg/L 标准溶液计算方法检出限和测定下限，各化合物的校准曲线、检出限和测定下限结果见表 3。



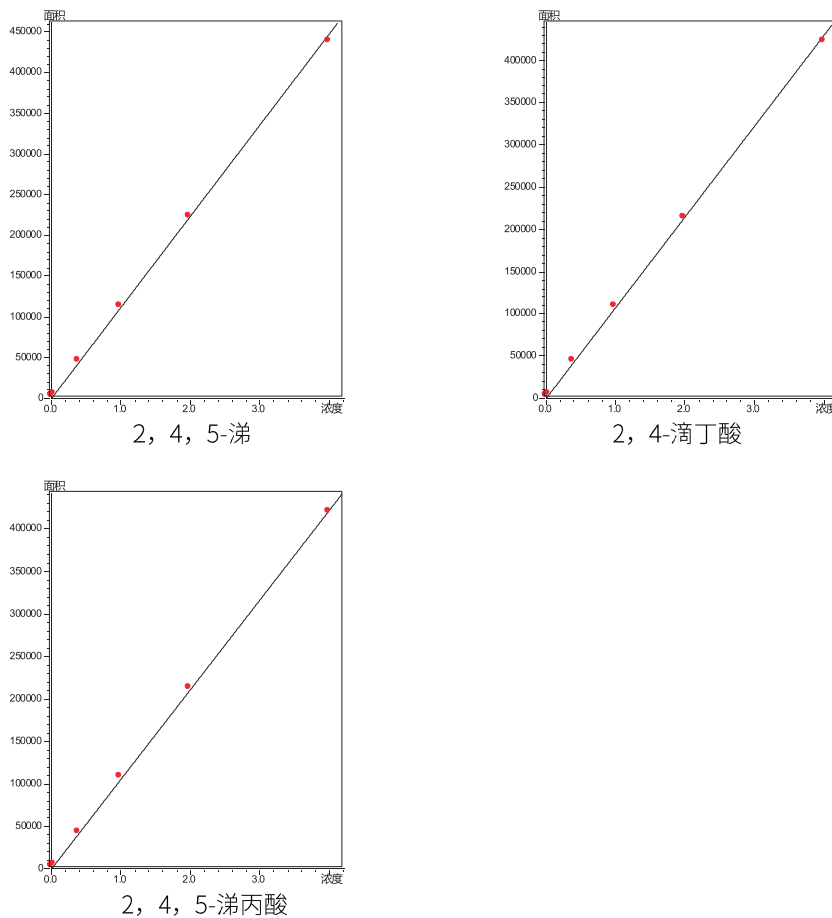


图 2 苯氧羧酸类除草剂和麦草畏校准曲

表 3 苯氧羧酸类除草剂和麦草畏的校准曲线、检出限和测定下限

#	化合物	校准曲线	检出限 (μg/L)	测定下限 (μg/L)
1	麦草畏	$Y=126861X+81.7112$ $R=0.9995$	0.4	1.6
2	2,4- 滴	$Y=117251X+30.9683$ $R=0.9998$	0.5	2.0
3	2- 甲 -4- 氯	$Y=130536X-24.4779$ $R=0.9998$	0.4	1.6
4	2,4- 滴丙酸	$Y=109690X+2.06659$ $R=0.9997$	0.5	2.0
5	2,4,5- 涕	$Y=111979X-29.5374$ $R=0.9996$	0.5	2.0
6	2,4- 滴丁酸	$Y=107506X+16.0192$ $R=0.9997$	0.5	2.0
7	2,4,5- 涕丙酸	$Y=105494X+74.4426$ $R=0.9998$	0.5	2.0

### 2.3 精密度实验

按照 1.2 分析条件,将 0.040 mg/L 混合标准溶液重复分析 6 次,各目标化合物保留时间 RSD 为 0.056~0.080%,峰面积 RSD 为 0.327~0.991%,精密度良好。

## 2.4 样品含量及加标实验

按照 1.4 样品前处理方法对水质样品进行处理，上机分析，样品中未检测到 6 种苯氧羧酸类除草剂和麦草畏，对该样品进行加标实验，加标量为 10.0、100 和 400.00  $\mu\text{g/L}$ ，样品溶液和加标溶液叠加色谱图如图 3 所示，定量及加标结果如表 4 所示。

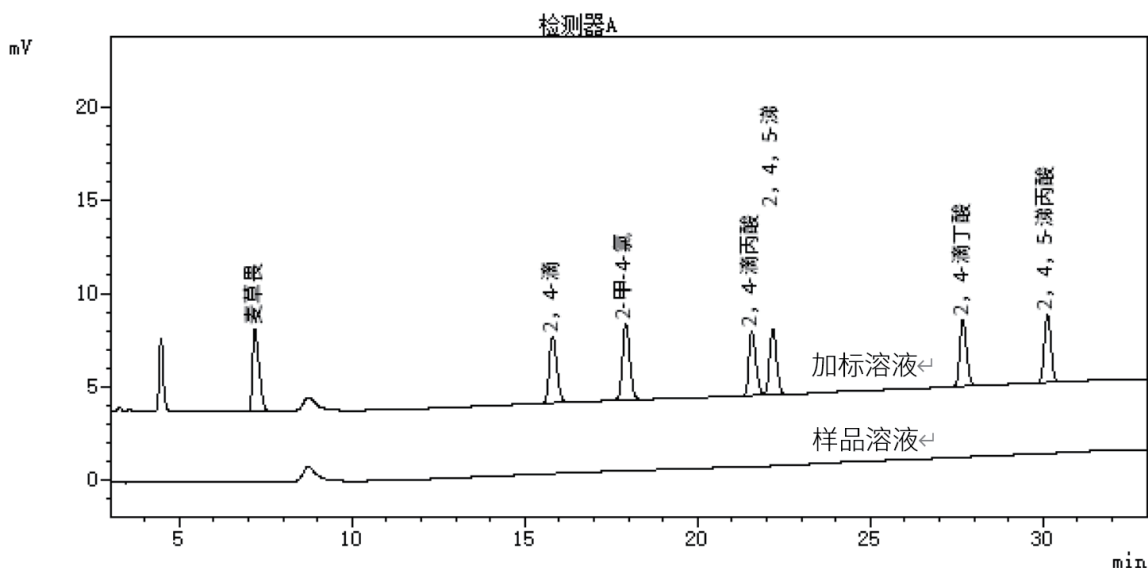


图 3 样品溶液和加标溶液色谱图（加标量 100  $\mu\text{g/L}$ ）

表 4 水质样品 6 种苯氧羧酸类除草剂和麦草畏测定结果

#	化合物名	样品中浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标量 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标后浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	回收率 (%)
1	麦草畏	N.D.	10.0	9.6	96.0
			100	91.4	91.4
			400	361.8	90.5
2	2,4- 滴	N.D.	10.0	9.4	94.0
			100	91.6	91.6
			400	363.4	90.9
3	2- 甲 -4- 氯	N.D.	10.0	9.2	92.0
			100	91.0	91.0
			400	364.0	91.0
4	2,4- 滴丙酸	N.D.	10.0	9.4	94.0
			100	91.4	91.4
			400	362.6	90.7
5	2,4,5- 涕	N.D.	10.0	9.4	94.0
			100	91.4	91.4
			400	362.0	90.5

6	2,4- 滴丁酸	N.D.	10.0	9.6	96.0
			100	91.6	91.6
			400	363.2	90.8
7	2,4,5- 涕丙酸	N.D.	10.0	9.6	96.0
			100	92.4	92.4
			400	368.0	92.0

备注：N.D. 表示未检出

## ■ 结论

本文建立了液相色谱法测定水质 6 种苯氧羧酸类除草剂和麦草畏含量的分析方法，分析结果表明：6 种苯氧羧酸类除草剂和麦草畏在 0.020~4.00 mg/L 范围内线性关系良好，重复性佳，加标回收率为 90.5%~96.0%。该方法灵敏度高、重复性好，可用于水质 6 种苯氧羧酸类除草剂和麦草畏含量的检测。

岛津应用云

