

7 种苯氧羧酸类农药的测定

SGLC-LC-333

摘要：本文建立了土壤和沉积物中 3,6-二氯-2-甲氧基苯甲酸（麦草畏）、2,4-二氯苯氧乙酸（2,4-D）、2-甲基-4-氯苯氧乙酸（MCPA）、2-(2,4-二氯苯氧基)-丙酸（2,4-DP）、2,4,5-三氯苯氧乙酸（2,4,5-T）、4-(2,4-二氯苯氧基)-丁酸（2,4-DB）和 2-(2,4,5-三氯苯氧基)-丙酸（2,4,5-TP）等 7 种苯氧羧酸类农药的 HPLC 测定方法。参照 HJ 1022-2019 方法，采用色谱柱 Shim-pack GIST C8 或 Shim-pack Scepter C8-120 分析上述苯氧羧酸类农药，结果显示，7 个化合物色谱峰峰形对称，相邻峰基线分离，满足标准要求。此方法可为土壤和沉积物中 7 种苯氧羧酸类农药的检测提供参考。

关键词：苯氧羧酸类农药 Shim-pack GIST C8 Shim-pack Scepter C8-120 HPLC

1. 实验部分

1.1 实验仪器及耗材

Shimadzu LC-40D 高效液相色谱仪；

色谱柱：Shim-pack GIST C8（5 μm，4.6×250 mm；P/N：227-30173-09）；

Shim-pack Scepter C8-120（5 μm，4.6×150 mm；P/N：227-31041-05）；

纯水机：PR-FP-0120α-MT1（+ 60L 水箱 + 取水器）；

SHIMSEN Arc Disc HPTFE 针式过滤器（P/N：380-00341-05）；

LC-MS 认证样品瓶 LabTotal Vial（P/N：227-34001-01）；

SHIMSEN Pipet 移液枪：SHIMSEN Pipet PMII-10（P/N：380-00751-02）；

SHIMSEN Pipet PMII-100（P/N：380-00751-04）；

SHIMSEN Pipet PMII-1000（P/N：380-00751-06）。

1.2 系统适用性溶液的制备

取适量苯氧羧酸类农药混标，用 40% 甲醇水稀释至 10 mg/L，作为系统适用性溶液，备用。

1.3 分析条件

柱温：25 °C

检测波长：230 nm

流速：1.0 mL/min

进样量：8 μ L

流动相：A：磷酸水溶液（用磷酸调 pH 至 2.0）；B：甲醇

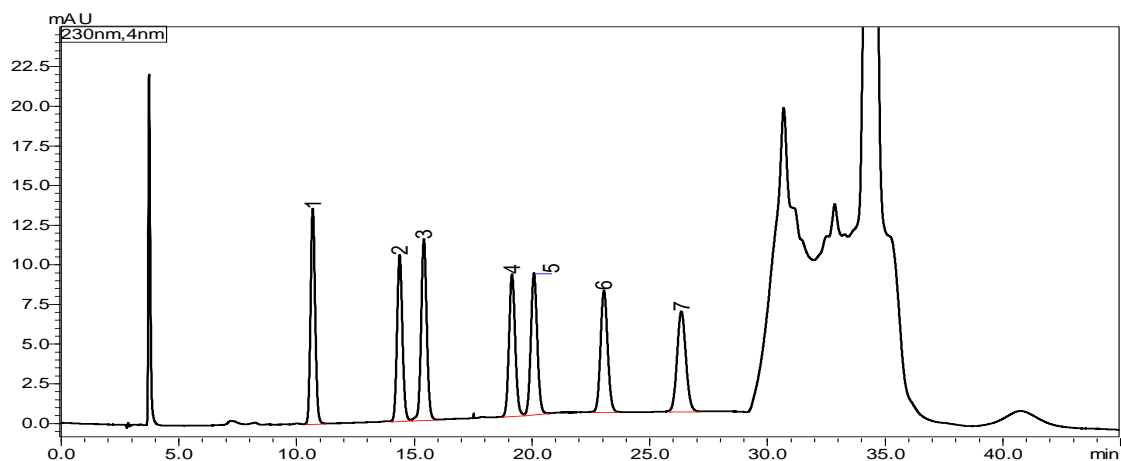
梯度条件：

时间 (min)	0	1	18	26	27	32	33	45
A (%)	45	45	35	35	10	10	45	45
B (%)	55	55	65	65	90	90	55	55

2. 实验结果

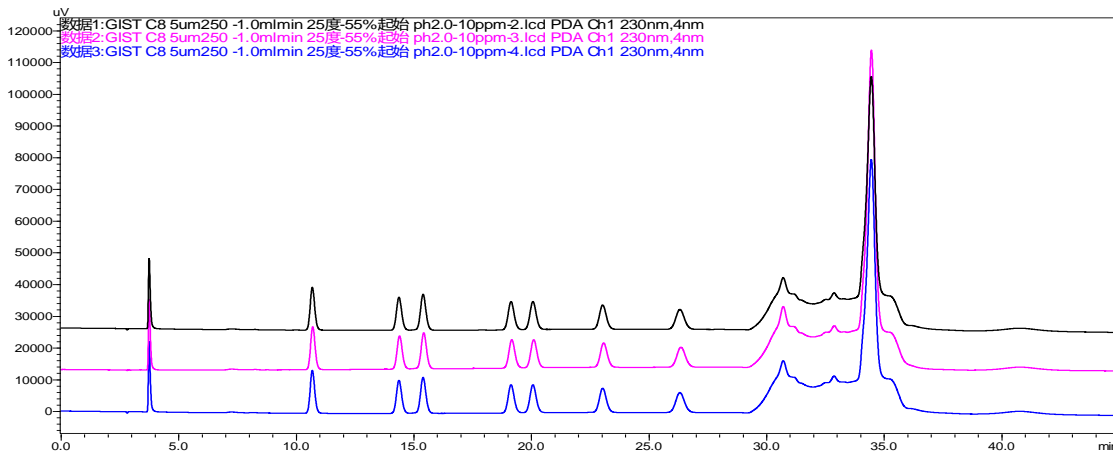
按照上述色谱条件（1.3）进行采集，系统适用性溶液色谱图如下：

2.1 色谱柱：Shim-pack GIST C8（5 μ m，4.6 \times 250 mm；P/N：227-31041-05）



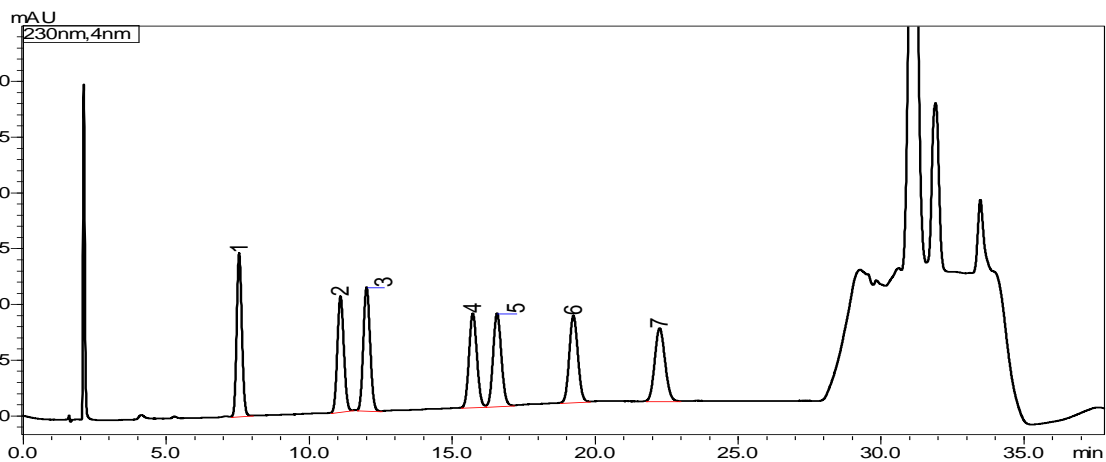
序号	目标物名称	保留时间	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	麦草畏	10.723	183647	13548	14394	1.082	--
2	2,4-D	14.414	165389	10473	19103	1.076	9.530
3	MCPA	15.443	187490	11406	20806	1.066	2.434
4	2,4-DP	19.188	162115	8951	25739	1.067	8.261
5	2,4,5-T	20.120	166409	8881	26401	1.063	1.914
6	2,4-DB	23.094	159229	7652	27994	1.071	5.679
7	2,4,5-TP	26.381	162331	6298	23968	1.062	5.329

重现性



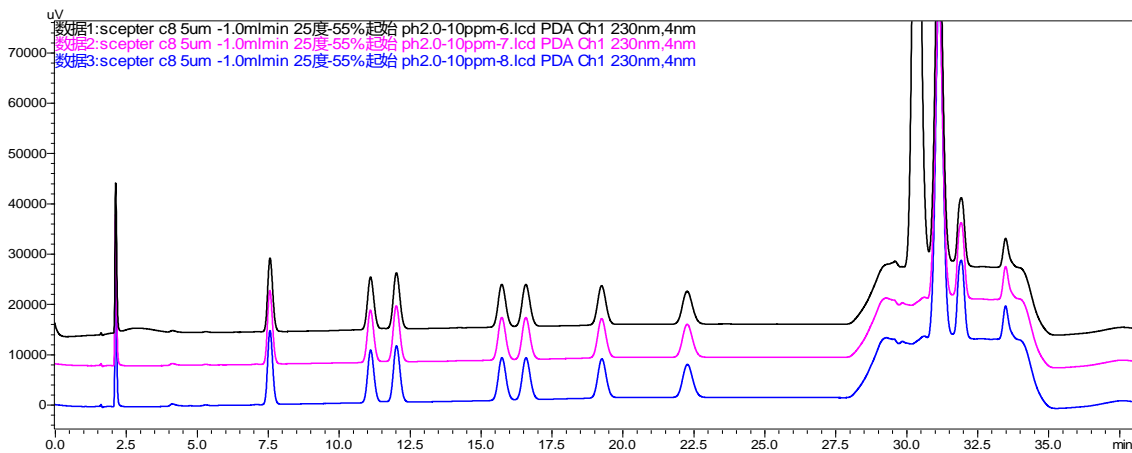
目标物	保留时间 (min, n=3)				峰面积 (Area, n=3)			
	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)
麦草畏	10.723	10.705	10.732	0.13	183647	183822	184732	0.32
2,4-D	14.414	14.389	14.301	0.41	165389	164175	166725	0.77
MCPA	15.443	15.415	15.411	0.11	187490	185556	183276	1.14
2,4-DP	19.188	19.155	19.201	0.12	162115	161305	162725	0.44
2,4,5-T	20.120	20.087	20.11	0.08	166409	165769	165469	0.29
2,4-DB	23.094	23.052	23.102	0.12	159229	159282	156722	0.92
2,4,5-TP	26.381	26.336	26.336	0.10	162331	161534	163424	0.58

2.2 色谱柱: Shim-pack Scepter C8-120 (5 μm, 4.6×150 mm; P/N: 227-31041-05)



序号	目标物名称	保留时间	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	麦草畏	7.580	182933	14625	8306	1.105	--
2	2,4-D	11.124	161856	10320	11202	1.071	9.412
3	MCPA	12.036	181350	11056	12057	1.081	2.125
4	2,4-DP	15.753	160349	8423	15415	1.068	7.858
5	2,4,5-T	16.601	165479	8321	15811	1.080	1.637
6	2,4-DB	19.272	160016	7752	19611	1.062	4.953
7	2,4,5-TP	22.288	161798	6542	18277	1.083	4.986

重现性



目标物	保留时间 (min, n=3)				峰面积 (Area, n=3)			
	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)
麦草畏	7.580	7.584	7.586	0.04	182933	183069	182990	0.04
2,4-D	11.124	11.131	11.128	0.03	161856	161807	162069	0.09
MCPA	12.036	12.044	12.040	0.03	181350	181278	181220	0.04
2,4-DP	15.753	15.759	15.753	0.02	160349	160520	160467	0.05
2,4,5-T	16.601	16.607	16.600	0.02	165479	165000	165499	0.17
2,4-DB	19.272	19.279	19.272	0.02	160016	159827	160006	0.07
2,4,5-TP	22.288	22.293	22.283	0.02	161798	161862	161294	0.19

3. 结论

本文建立了土壤和沉积物中 3,6-二氯-2-甲氧基苯甲酸（麦草畏）、2,4-二氯苯氧乙酸（2,4-D）、2-甲基-4-氯苯氧乙酸（MCPA）、2-(2,4-二氯苯氧基)-丙酸（2,4-DP）、2,4,5-三氯苯氧乙酸（2,4,5-T）、4-(2,4-二氯苯氧基)-丁酸（2,4-DB）和 2-(2,4,5-三氯苯氧基)-丙酸（2,4,5-TP）等 7 种苯氧羧酸类农药的 HPLC 测定方法。参照 HJ 1022-2019 方法，采用色谱柱 Shim-pack GIST C8 或 Shim-pack Scepter C8-120 分析上述苯氧羧酸类农药，结果显示，7 个化合物色谱峰峰形对称，相邻峰基线分离，满足标准要求。此方法可为土壤和沉积物中 7 种苯氧羧酸类农药的检测提供参考。