

水中 15 种氯代除草剂的测定

1、适用范围

适用于水中 2,2-二氯丙酸、3,5-二氯苯甲酸、2-(4-氯-2-甲基苯氧基)丙酸、3,6-二氯-2-甲氧基苯甲酸、2-甲基-4-氯苯氧乙酸、2,4-滴丙酸、2,4-二氯苯氧乙酸、2,4,5-三氯苯氧乙酸、五氯苯酚、2,4,5-涕丙酸、3-氨基-2,5-二氯苯甲酸、2,4-二氯苯氧丁酸、4-氨基-3,5,6-三氯吡啶羧酸、三氟羧草醚、四氯对苯二甲酸这 15 种氯代除草剂的测定（该实验选用基质为地表水）

参考标准：《HJ 1070-2019 水质 15 种氯代除草剂的测定 气相色谱法》

2、溶液的配制

- 1) 标准储备液：准确移取混合标准品（液标）1mL，用正己烷稀释至 10mL，浓度为 10 μ g/mL。
- 2) 标准工作液：准确移取标准中间液 1mL，用正己烷稀释至 10mL，浓度为 1 μ g/mL。
- 3) 甲苯-正己烷（1:6）：量取 10mL 甲苯和 60mL 正己烷，混匀备用。
- 4) 碳酸钾溶液：称取 10.0g 碳酸钾溶于水中并定容至 100mL。
- 5) 五氟苄基溴溶液：称取 3.0g 五氟苄基溴溶于丙酮中并定容至 100mL。

3、SPE 净化步骤

SPE 柱：Welchrom® BRP，规格：500mg/6mL。

活化：10mL 甲醇，10mL 水，弃去；

上样：将 10mL 样品全部上样，弃去；

洗脱：加入 20mL 甲醇洗脱，收集于鸡心瓶中，旋蒸至近干；



声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

Add: 上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼

Add: 浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Tel: 400-810-6969

邮编：201600

邮编：321000

E-mail: lingyuyu @welchmat.com

浓缩：40℃旋蒸至近干，加入 5mL 丙酮待衍生化。

4、衍生化

在待衍生化的提取液中加入 30μL 碳酸钾溶液，混匀后加入 200μL 五氟苄基溴溶液，加塞密闭后在 60℃±2℃恒温条件下衍生化反应 3h 以上，衍生后，用甲苯-正己烷（1:6）定容至 10mL，待检测。

5、注意事项

- 1) 加标水平：10mL 样品中加入 0.1mL 1μg/mL 标准中间液，定容至 10mL，因此加标水平为 0.01μg/mL，最终机度数为 0.01μg/mL。
- 2) 本实验标准品溶液用空白基质溶液进行配置。

6、色谱条件

色谱柱	WM-5MS, 30.0m×0.25mm×0.25μm
进样口温度	250℃
检测器（ECD）温度	300℃
载气	N ₂
进样方式	不分流进样
载气流量	1.0 mL/min
进样量	1μL
升温程序	80℃（2min），30℃/min 上升至 170℃（5min），10℃/min 升至 200℃（2min），10℃/min 升至 300℃（5min）；

7、色谱图或者加标回收率结果



声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Tel:400-810-6969

邮编：201600

邮编：321000

E-mail:lingyuyu @welchmat.com

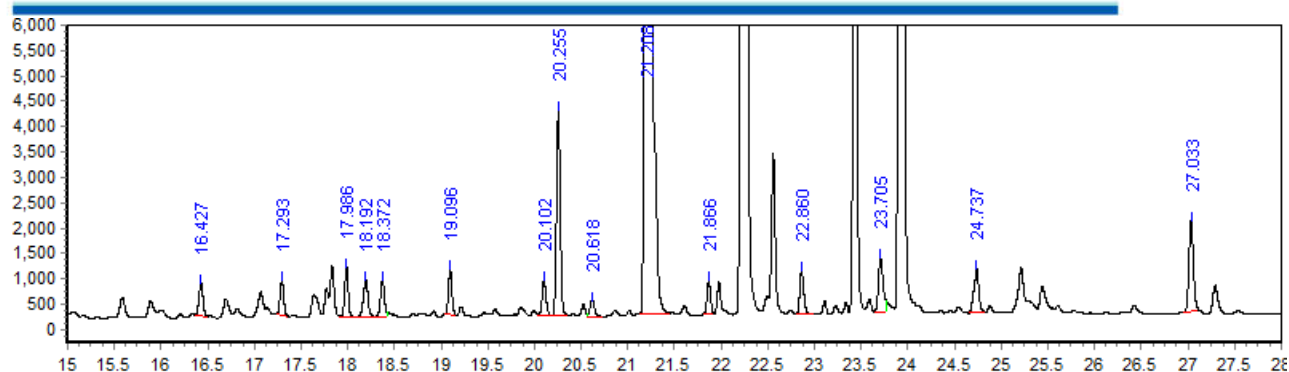


图 1.15 种氯代除草剂标准品 0.01µg/mL 图谱

表 1、出峰情况

峰名称	保留时间 min	峰高 Hz	峰面积 Hz*s	相对峰面 积%	分离度	塔板数 (EP)
2,2-二氯丙 酸	16.41	464.44	1539.53	0.269	0	668755
3,5-二氯苯 甲酸	17.278	552.99	1655.36	0.2892	11.463	942286
2-(4-氯-2- 甲基苯氧	17.97	765.46	2060.89	0.3601	9.975	1120820
3,6-二氯-2- 甲氧基苯甲	18.174	524.01	1849.71	0.3232	2.65	676767
2-甲基-4-氯 苯氧乙酸	18.356	514.78	1557.49	0.2721	2.193	951261
2,4-滴丙酸	19.082	1082.69	2804.33	0.49	10.108	1249823
2,4-二氯苯 氧乙酸	20.086	451.27	1264.53	0.221	14.375	1247518
2,4,5-三氯 苯氧乙酸	20.241	3436.08	9396.16	1.6418	2.124	1238729
五氯苯酚	20.607	245.55	851.04	0.1487	4.466	840404
2,4,5-涕丙 酸	21.194	85465.45	240822.63	42.0794	7.392	1484252
3-氨基-2,5- 二氯苯甲酸	21.849	606.66	1711.6	0.2991	1.433	1612034
2,4-二氯苯 氧丁酸	22.843	777.48	2239.68	0.3913	13.7	1423878
4-氨基 -3,5,6-三氯	23.912	115303.74	295277.9	51.5945	10.125	1092304
三氟羧草醚	24.723	782.24	3056.64	0.5341	11.221	1116321
四氯对苯二 甲酸	27.015	1890.52	6217.2	1.0863	25.568	1563506

声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Tel:400-810-6969

邮编：201600

邮编：321000

E-mail:lingyuyu @welchmat.com



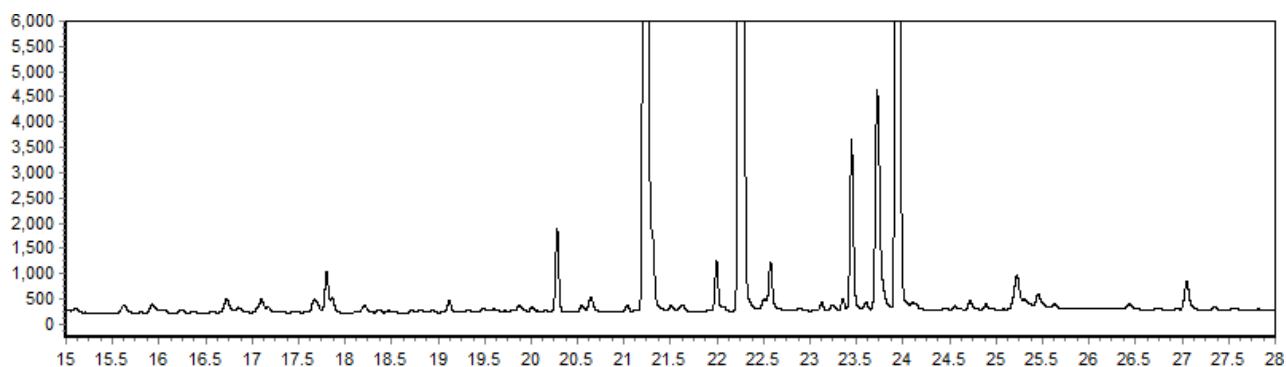


图 2. 水样品空白图谱

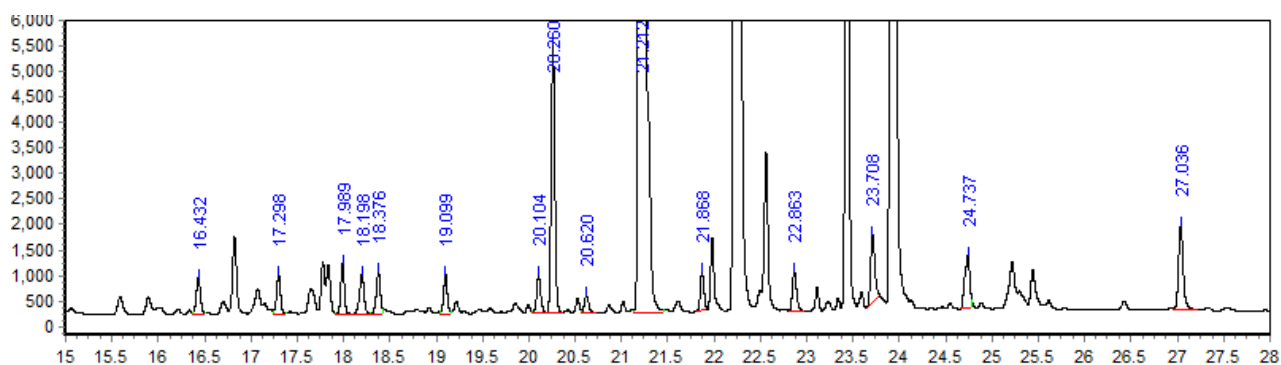


图 3. 水样品加标 0.01µg/mL 图谱

表 2、加标回收率表

分类	加标水平 µg/mL	平均回收率%	RSD %
2,2-二氯丙酸	0.01	115.40%	7.62%
3,5-二氯苯甲酸	0.01	115.77%	8.30%
2-(4-氯-2-甲基 苯氧基)丙酸	0.01	103.84%	3.19%
3,6-二氯-2-甲氧 基苯甲酸	0.01	104.23%	2.18%
2-甲基-4-氯苯 氧乙酸	0.01	116.93%	1.57%
2,4-滴丙酸	0.01	94.54%	2.64%
2,4-二氯苯氧乙 酸	0.01	114.26%	3.20%
2,4,5-三氯苯氧 乙酸	0.01	128.08%	0.77%

声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Tel:400-810-6969

邮编：201600

邮编：321000

E-mail:lingyuyu @welchmat.com



五氯苯酚	0.01	107.43%	1.15%
2,4,5-涕丙酸	0.01	99.36%	0.13%
3-氨基-2,5-二氯 苯甲酸	0.01	114.02%	3.13%
2,4-二氯苯氧丁 酸	0.01	93.15%	1.07%
4-氨基-3,5,6-三 氯吡啶羧酸	0.01	119.98%	3.12%
三氟羧草醚	0.01	127.60%	2.21%
四氯对苯二甲 酸	0.01	95.07%	6.38%

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00522-20006	SPE 小柱	Welchrom® BRP,500mg/6mL,30pk
00837-05002	15mL 螺口尖底离心管	Welchrom® 离心管 一次性离心管, 平盖, 锥形底,RCF12000xg,袋装,未灭菌, 15mL, 50/包
00824-31001	固相萃取装置	Welch 固相萃取装置, 12 位方缸
00821-32291	盖子+垫片	Welchrom® 预切口红色特氟龙/白色硅胶隔垫, 9mm 蓝色短螺纹开口盖 中心孔 6mm 100pk
00821-40927	样品瓶	Welchrom® 2mL 透明短螺纹广口样品瓶 带书写处 11.6*32mm 一级水解玻璃 100pk
03904-22001	气相色谱柱	WM-5MS, 30.0m×0.25mm×0.25μm



声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Tel:400-810-6969

邮编：201600

邮编：321000

E-mail:lingyuyu @welchmat.com