

土壤中苯氧羧酸类农药的测定 HJ 1022-2019

1、适用范围

适用于土壤中苯氧羧酸类农药的测定（该实验选用基质为土壤）

参考标准：《HJ 1022-2019 土壤和沉积物 苯氧羧酸类农药的测定 高效液相色谱法》

2、溶液的配制

- 1) 苯氧羧酸类农药标准贮备液：取 1mL 1mg/mL 的 7 种苯氧羧酸类混标标准品，用丙酮稀释至 10mL，浓度为 0.1mg/mL，作为苯氧羧酸类农药的贮备液。
- 2) 苯氧羧酸类农药标准工作液：取 1mL 0.1mg/mL 的 7 种苯氧羧酸类贮备液，用 50%甲醇水稀释至 10mL，浓度为 0.01mg/mL，作为苯氧羧酸类农药的工作液。
- 3) 50%甲醇水：50mL 甲醇用水定容至 100mL。
- 4) 盐酸溶液：25mL 盐酸溶于 25mL 水中。
- 5) 洗脱溶液：20mL 甲酸、50mL 甲醇和 950mL 二氯甲烷混匀。

3、提取步骤

土壤（烘干）

5g 样加 5mL 水，50%盐酸水 0.4mL，加 10mL 乙腈，振荡，超声 10min，6000r 离心 5min，移取上清液至另一个装有 1.25g 氯化钠的离心管中，下层再次 10mL 乙腈提取一次，6000r 离心 5min，合并上清液，振荡 3min，6000r 离心 5min，移取 5mL 上清液，40° 旋蒸至 1mL，待净化

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:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编：321000

E-mail:Lingyuyu@welchmat.com

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom® Carb /NH₂，规格：500mg/500mg/6mL

活化:5ml 洗脱剂，弃去

上样:全部上样，收集

洗脱:15ml 洗脱剂，收集

复溶：收集于旋转蒸发瓶中，于 40° 旋蒸至干，50%甲醇水复溶至 2ml，过 0.22 μ m 有机滤头，上机检测。

5、注意事项

1、加标水平：在 5g 样中精确加入 0.4mL 的 0.01mg/mL 苯氧羧酸类农药标准工作液，加标水平为 0.8mg/kg，机读数为 0.5mg/L。

2、标品定容时，做一组空白溶液，用于标品定容

6、色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate® XB-C8 4.6*150mm，3 μ m

流动相：A-甲醇，B-pH=3 的水（梯度如图）

流速：0.500mL/min

柱温：30℃

进样量：20μL

检测波长：230nm

时间	%B	%C
0.000	40.0	60.0

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:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编：321000

E-mail:Lingyuyu@weLchmat.com

1.000	40.0	60.0
18.000	65.0	35.0
26.000	65.0	35.0
30.000	90.0	10.0
32.000	90.0	10.0
33.000	40.0	60.0
43.000	40.0	60.0

7、色谱图或者加标回收率结果

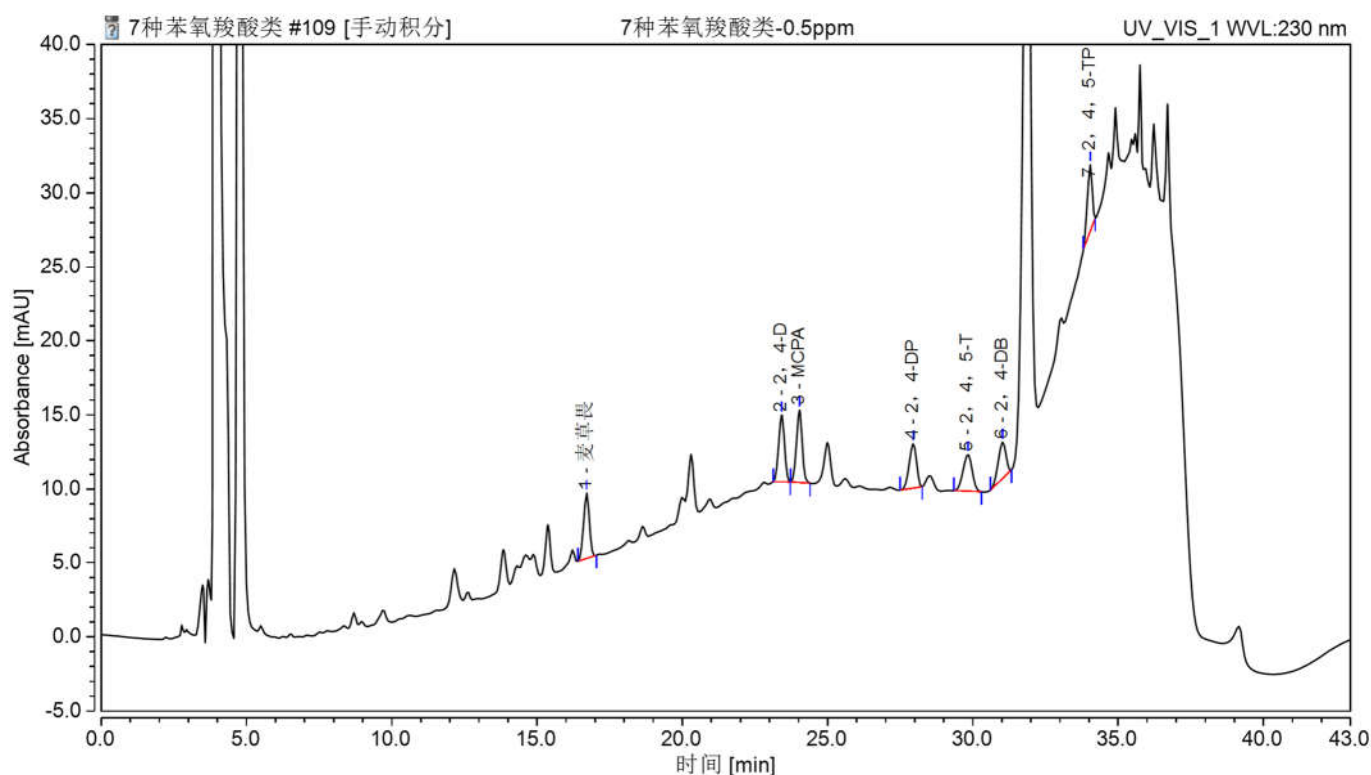


图 1、7 种苯氧羧酸类 0.5 μ g/mL 图谱

峰名称	保留时间	峰面积	峰高	相对峰面积	拖尾因子	分离度	塔板数
	min	mAU*min	mAU	%		(EP)	(EP)
麦草畏	16.708	1.030	4.475	15.61	0.88	18.08	32777
2, 4-D	23.418	1.049	4.502	15.89	0.95	1.67	62313

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:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编:321000

E-mail:Lingyuyu@welchmat.com

MCPA	24.033	1.115	4.873	16.89	0.92	9.34	70678
2, 4-DP	27.950	0.882	2.992	13.36	0.77	3.53	54312
2, 4, 5-T	29.828	0.901	2.477	13.64	0.90	2.20	41433
2, 4-DB	31.030	0.755	2.442	11.44	0.71	7.26	59347
2, 4, 5-TP	34.042	0.871	4.465	13.19	0.65	n.a.	178800

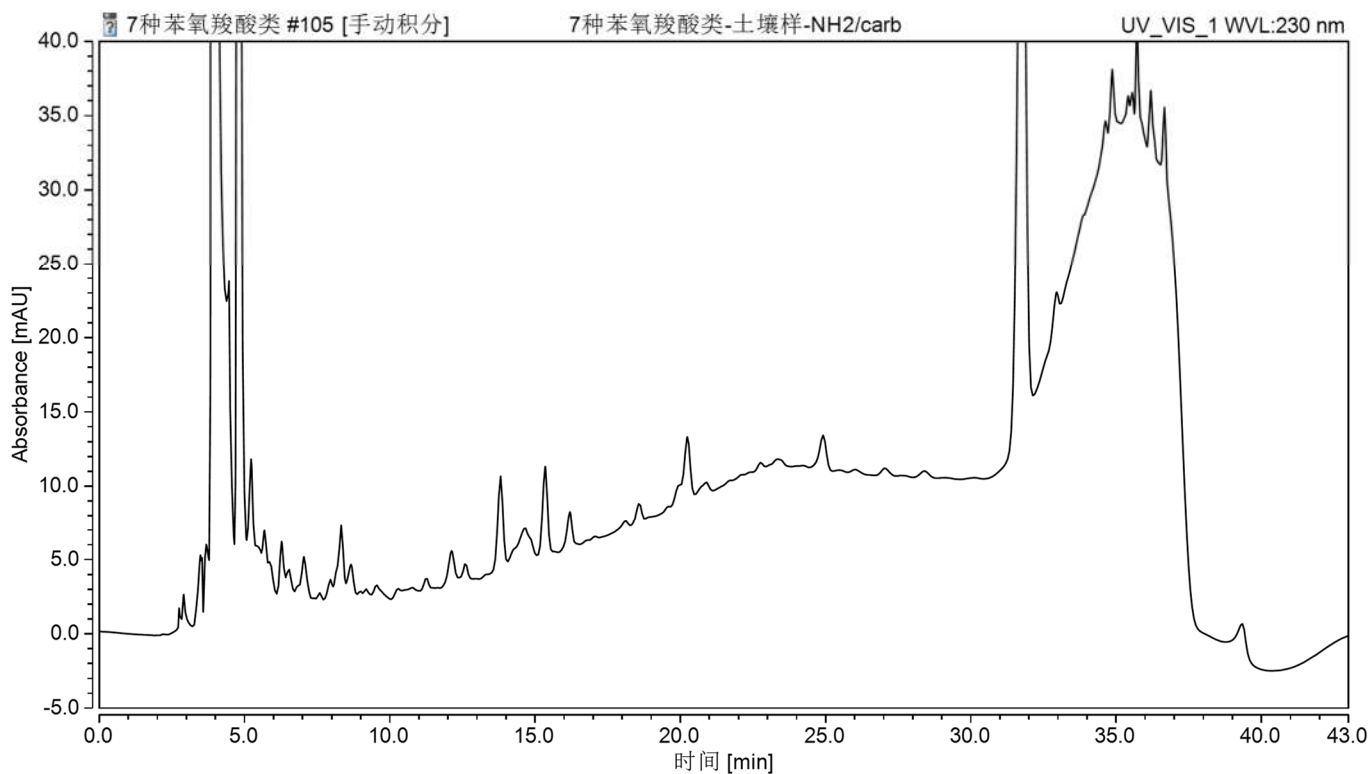


图 2、土壤空白过柱图谱

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:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000

E-mail:Lingyuyu@welchmat.com

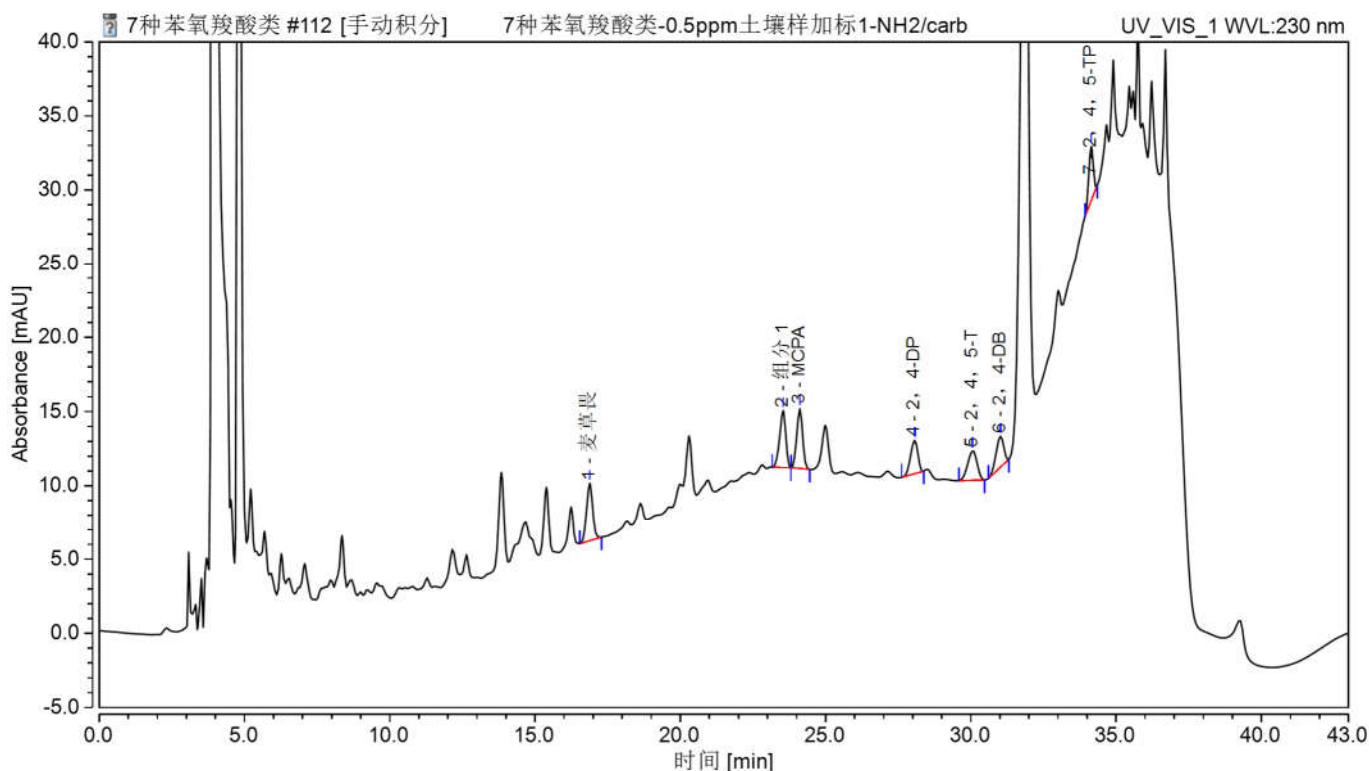


图 3、土壤样加标 0.8mg/kg 图谱

表 1.加标回收率表

名称	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD% (n=2)
麦草畏	0.8	96%	3.59%
2, 4-D		89%	0.29%
MCPA		84%	1.15%
2, 4-DP		73%	2.95%
2, 4, 5-T		82%	0.87%
2, 4-DB		85%	0.21%
2, 4, 5-TP		77%	3.31%

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00527-20011	SPE 小柱	Welchrom® Carb /NH ₂ , 500mg/500mg/6mL,30pk
00837-05006	50mL 螺口尖底离心管	离心管 一次性离心管, 平盖, 锥形底,RCF12000xg,

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:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000

E-mail:Lingyuyu@welchmat.com

		袋装,未灭菌, 50ml, 50/包
00824-31001	Welch 固相萃取装置	12 位方缸
00821-32291	盖子+垫片	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	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
00202-21041	液相色谱柱	Ultimate®XB-C8,4.6×150mm,3μm
00802-02201	针头式过滤器	进口 NY,13mm*0.22μm,100pk

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:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 TeL:400-810-6969

邮编: 321000

E-mail:Lingyuyu@welchmat.com