

# 甲羧除草醚40%悬浮剂的高效液相色谱分析

李欧燕, 王芳

(深圳诺普信农化股份有限公司, 广东 深圳 518102)

Determination of Bifenox SC by HPLC

Li Ouyan, Wang Fang (Shenzhen Noposion Agrochemicals Co., Ltd, Shenzhen 518102, China)

Abstract: A reverse phase HPLC method for determination of bifenox SC was established using ODS column, UV detector at 290 nm and mobile phase of methylalcohol /water (81:19, by vol). The results showed that the coefficient of variation was 0.19%, the average recovery was 99.43% and the liner correlation coefficient was 0.999 9.

Key words: Bifenox; HPLC; determination

摘要: 建立了甲羧除草醚40%悬浮剂的高效液相色谱分析方法。使用ODS反相柱, 以甲醇:水(81:19, V/V)为流动相, 在UV 290nm下, 用外标法对有效成分甲羧除草醚进行定量分析。结果表明, 该分析方法的变异系数为0.19%, 平均回收率为99.43%, 线性相关系数为0.999 9。

关键词: 甲羧除草醚; 液相色谱; 分析

中图分类号: S482.4; O657.72 文献标识码: A 文章编号: 1002-5480(2008)05-10-03

## 1 前言

甲羧除草醚是一种选择性除草剂, 可有效防除水稻、谷类、高粱、玉米及大豆等作物田中一年生阔叶及禾本科杂草。该药可用于播前土壤处理或芽前苗后直接使用, 选择性高、药效好、持效期久, 与其他除草剂混用可以扩大其杀草谱<sup>[1]</sup>。目前, 甲羧除草醚的分析方法有差示紫外分光光度法、气相色谱法以及高效液相色谱法<sup>[2-3]</sup>, 但资料报道的液相色谱法流动相需用冰乙酸调节pH, 步骤麻烦且对色谱柱选择性高。本文采用常规高效液相色谱法对甲羧除草醚的分析方法进行阐述, 定量分析方法简单、快捷、准确。

## 2 试验部分

收稿日期: 2007-12-17

2.1 试剂 水: 新蒸2次蒸馏水; 甲醇: 色谱纯 (Fisher Scientific); 甲羧除草醚标准品: 98.0% (由Dr.Ehrenstorfer提供); 试样: 甲羧除草醚40%悬浮剂 (由本公司提供)。

2.2 仪器 高效液相色谱仪: Ultimate3 000 (带二极管阵列检测器), Chromleon工作站, 配备自动进样器。色谱柱: SHIMADZU VP-ODS 200mm×4.6mm (i.d.) 5 $\mu$ m。

2.3 高效液相色谱分析条件 流动相: 甲醇:水 = 81:19 (V/V); 流速: 1.0mL/min; 柱温: 室温; 检测波长: 290nm; 进样体积: 5 $\mu$ L; 甲羧除草醚保留时间: 约为5.5min。上述液相色谱操作条件系典型操作参数, 可根据不同仪器特点, 对给定的操作参数作适当调整, 以期获得最佳效果。

## 2.4 测定步骤

2.4.1 标样溶液的制备 准确称取甲羧除草醚标样0.05g (精确至0.000 2g) 置于25mL容量瓶中, 加甲醇超声溶解, 定容摇匀。用移液管准确移取该溶液2.00mL至另一10mL容量瓶中, 甲醇定容至刻度, 摇匀。溶液经0.45 μm孔径滤膜过滤。

2.4.2 试样溶液的制备 称取甲羧除草醚试样0.12g (精确至0.000 2g) 置于25mL容量瓶中,

加甲醇超声溶解, 定容摇匀。用移液管准确移取该溶液2.00mL至另一10mL容量瓶中, 甲醇定容至刻度, 摇匀。溶液经0.45 μm孔径滤膜过滤。

2.4.3 测定 在上述操作条件下, 待仪器基线稳定后, 连续注入数针标样溶液, 计算各针相对响应值的重复性, 待相邻2针的相对响应值变化小于1.0%, 按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序开始进样。甲羧除草醚标样以及样品的高效液相色谱图 (图1、2)。

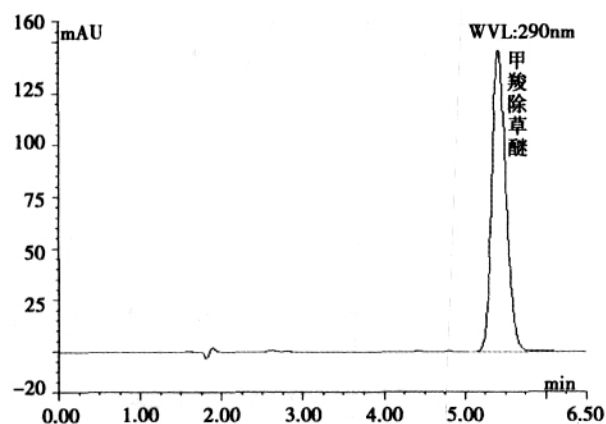


图1 甲羧除草醚标样的液相色谱图

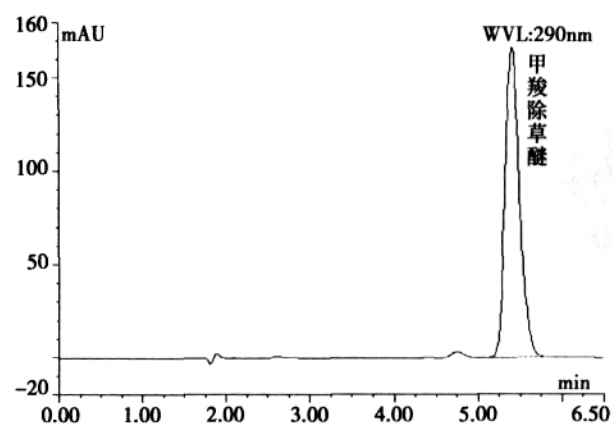


图2 甲羧除草醚试样的液相色谱图

2.4.4 计算 将测得的2针试样溶液以及试样前后2针标样溶液中甲羧除草醚的峰面积分别平均, 试样中甲羧除草醚的质量分数X (%) 按下式进行计算:

$$X = \frac{A_2 \times m_1 \times P}{A_1 \times m_2}$$

式中:

$A_1$ - 标样溶液中, 甲羧除草醚峰面积的平均值;

$A_2$ - 试样溶液中, 甲羧除草醚峰面积的平均值;

$m_1$ - 标样的质量, g;

$m_2$ - 试样的质量, g;

P- 标样中甲羧除草醚的质量分数, %。

## 3 结果与讨论

3.1 吸收波长的确定 通过紫外扫描可知甲羧除草醚的最大吸收波长是204nm, 其次为290nm。考虑到在204nm处溶剂干扰比较严重, 而在

290nm处无溶剂干扰, 因此选择290nm作为检测波长。甲羧除草醚的紫外光谱图 (图3)。

3.2 流动相的确定 分别选择不同比例的甲醇+水作为流动相对试样进行分离检测, 发现当体积比为81:19时较为合适, 有效成分与杂质完全分开。

3.3 分析方法的线性相关性 准确称取甲羧除草醚标样0.076 7g, 置于50mL容量瓶中, 加甲醇超声溶解, 定容摇匀。分别用移液管准确移取该溶液1.00、2.00、4.00、6.00、8.00mL至5个10 mL容量瓶中, 配制成系列浓度 (0.150 3、0.300 7、0.601 3、0.902 0、1.202 7mg/mL), 甲醇定容至刻度, 摇匀。在上述色谱条件下进行测定, 以甲羧除草醚的质量浓度为横坐标, 峰面积为纵坐标作线性关系图 (图4), 求得其线性回归方程为 $y=97.185x-0.335 7$ , 线性相关系数为0.999 9。

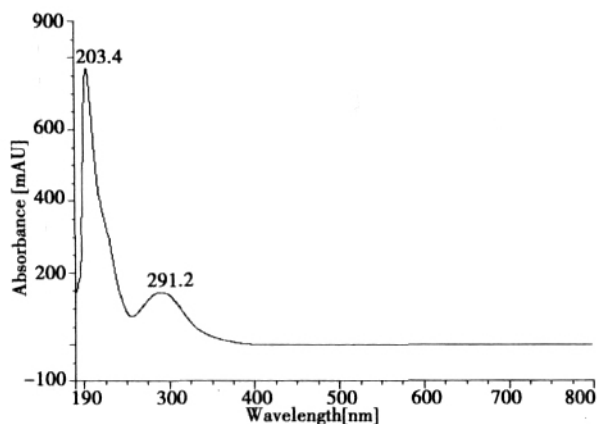


图3 甲羧除草醚的紫外吸收光谱图

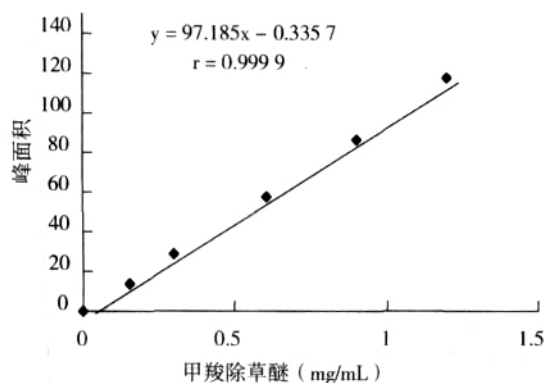


图4 甲羧除草醚的线性关系图

3.4 方法精密度试验 对同一个甲羧除草醚样品,在上述色谱条件下重复测定5次,测得标准偏差为0.075,变异系数为0.19%,该方法重现性好,可以满足对产品中甲羧除草醚质量分数的分析。

3.5 方法准确度试验 在已知含量的甲羧除草醚样品中加入一定量的标准样品,按上述色谱条件测得甲羧除草醚的添加回收率为99.43%,方

表1 甲羧除草醚精密度测定结果

编号	质量分数 (%)	平均值 (%)	标准偏差	变异系数 (%)
1	40.12			
2	40.25			
3	40.32	40.22	0.075	0.19
4	40.18			
5	40.22			

表2 甲羧除草醚添加回收率测定结果

编号	理论值 (mg)	实测值 (mg)	回收率 (%)	平均值 (%)
1	5.643	5.692 8	98.71	
2	6.887 5	6.826 8	99.15	
3	8.635 5	8.732 8	100.32	99.43
4	11.001	11.214 6	99.67	
5	8.664	8.659 6	99.31	

法准确度高。

#### 4 结论

采用高效液相色谱法测定甲羧除草醚40%悬浮剂含量,该方法线性关系良好,精密度准确度高,重现性好,适用于甲羧除草醚产品常规分析,且简便、快速,是1种可行的定性和定量分析方法。

#### 参考文献

- [1] C D S Tomlin. The Pesticide Manual. UK: The British Crop protection council, 1997, 116-117.
- [2] 张永忠, 冯志彪. 差示紫外分光光度法测定甲羧除草醚 [J]. 农药, 1995, 34 (12): 20-21.
- [3] 赵欣昕, 侯宇凯. 农药规格质量标准汇编 [M]. 北京: 化学工业出版社, 2002, 316.

(上接第41页) 望, 中国农药信息网, 2007-9-27.

- [2] 乔依. 对农药废弃物和包装的治理 [J]. 农药译丛, 1999, 21 (2): 56-57.
- [3] 傅桂平, 叶贵标. 亚洲国家农药废弃物问题研讨会在泰国召开 [J]. 农药科学与管理, 2001, 22 (5): 45.
- [4] 傅桂平. 农药废弃物培训班在武汉举行 [J]. 农药科学与管理, 2001, 22 (4): 44.
- [5] 徐启飞. 京津冀地区农药使用现状调查 [J]. 中国农学通报, 2007, 23 (10): 460-463.
- [6] 舒畅, 周培建, 陈振华, 等. 农药废弃物, 一个不可

忽视的问题 [J]. 江西植保, 2003, 26 (4): 188-189.

- [7] 洪大用, 马芳馨. 二元社会结构的再生产-中国农村面源污染的社会学分析 [J]. 社会学研究, 2004, 4, 1-7.
- [8] 屠豫钦. 关于农药与环境问题的思考 [J]. 农药科学与管理, 2001, 22 (3): 32-34.
- [9] 农业部药检所综合处. 农业部药检所组织高毒及废弃农药集中销毁行动在湖北正式启动, 中国农药信息网, 2007-12-21.