

◆ 农药分析 ◆

# 38% 2甲4氯·灭草松可溶液剂的高效液相色谱分析

钱忠海

(江苏省农药总站 南京 210036)

**摘要:**采用 Agilent ZORBAX SB-Phenyl 不锈钢柱和紫外检测器,流动相为甲醇-水-磷酸溶液,建立同时测定2甲4氯·灭草松可溶液剂中有效成分含量的高效液相色谱检测方法。结果表明,该方法能够实现同时快速分析含量,有效成分2甲4氯和灭草松具有良好的线性关系,相关系数分别为0.999 2和0.999 7;标准偏差分别为0.032和0.187,变异系数分别为0.64%和0.58%;平均回收率分别为99.74%和99.68%。

**关键词:**2甲4氯;灭草松;HPLC;分析

中图分类号:TQ 450.7 文献标志码:A doi:10.3969/j.issn.1671-5284.2019.06.009

## Analysis of MCPA and Bentazone Soluble Concentrate by HPLC

Qian Zhong-hai

(Jiangsu Provincial Institute for the Control of Agrochemicals, Nanjing 210036, China)

**Abstract:** The HPLC method for simultaneous determination of MCPA and bentazone 38% SL was established with Agilent ZORBAX SB-Phenyl column and ultraviolet detector, using methanol-water-phosphoric acid as mobile phase. The results showed that the method analyzed the content quickly and simultaneously. The linear relationship was good and the linear correlations were 0.999 2 and 0.999 7, the standard deviation were 0.032 and 0.187, the relative standard deviation were 0.64% and 0.58%, the average recoveries were 99.74% and 99.68%.

**Key words:** MCPA; bentazone; HPLC; analysis

38% 2甲4氯·灭草松可溶液剂为广谱、高效的低毒类除草剂,能迅速杀死杂草地下根茎,有效防除常见阔叶杂草和萤蓼、荆三棱、三棱草等恶性杂草,其选择性强、持效期长、防除效果显著<sup>[1-5]</sup>。但有关2甲4氯和灭草松混配制剂采用HPLC同时检测的方法,无相关文献报道。笔者建立采用Agilent ZORBAX SB-Phenyl 不锈钢柱和紫外检测器,以甲醇-水-磷酸溶液为流动相的高效液相色谱分析方法,对有效成分2甲4氯和灭草松同时进行定量分析。旨在为简便快捷地测定38% 2甲4氯·灭草松可溶液剂的有效成分含量提供依据。

## 1 材料与方 法

### 1.1 仪器和试剂

具全自动进样器及紫外可变波长检测器的高效液相色谱仪U3000;甲醇(色谱纯);Millipore超纯水制备系统;2甲4氯对照物(98.3%)、灭草松对照物(99.0%),国家农药质量监督检验中心(沈阳);38% 2甲4氯·灭草松可溶液剂,江苏农垦生物化学有限公司。

### 1.2 色谱条件

色谱柱:Agilent ZORBAX SB-Phenyl 不锈钢柱

收稿日期:2019-08-23

作者简介:钱忠海(1981—),男,江苏省泰州市人,硕士,高级农艺师,主要从事农药管理相关工作。E-mail:75414800@qq.com

(150 mm × 4.6 mm 3.5 μm); 检测波长 230 nm; 流动相: 甲醇+水(体积比44:56), 每1 000 mL水中加入1 mL磷酸; 流速: 1.0 mL/min; 进样量: 5 μL; 柱温: 25℃; 保留时间: 灭草松约为11.0 min, 2甲4氯约为15.5 min。高效液相色谱图见图1、图2。



图1 2甲4氯和灭草松对照物高效液相色谱图



图2 38% 2甲4氯·灭草松可溶液剂高效液相色谱图

### 1.3 分析步骤

#### 1.3.1 对照物溶液的配制

称取2甲4氯对照物约0.04 g(精确至0.000 2 g)于50 mL容量瓶,用甲醇溶液稀释,超声使其溶解,待温度降至室温,进行定容,摇匀后备用。称取灭草松对照物约0.05 g(精确至0.000 2 g)于100 mL容量瓶,移取10 mL上述2甲4氯对照物溶液于此容量瓶中,用甲醇溶液稀释,超声使其溶解,待温度降至室温,进行定容,摇匀后经0.45 μm微孔滤膜过滤后备用。

#### 1.3.2 被试物溶液的配制

称取被试物约0.15 g(精确至0.000 2 g)于100 mL容量瓶,用甲醇溶液稀释,超声使其溶解,待温度降至室温,进行定容,摇匀后经0.45 μm微孔滤膜过滤后备用。

#### 1.3.3 测定

在优化的色谱条件下,待仪器稳定后,使参照物溶液连续进样,直至相邻两次有效成分峰面积响应值相对变化小于1.5%时,依照参照物溶液、被试物溶液、被试物溶液、参照物溶液的顺序进行测定。

#### 1.3.4 计算

将检测所得的两次被试物溶液和被试物前后两次对照物溶液中检测成分的峰面积分别进行平均。被试物中各检测成分的质量分数 $w$ (%)按式(1)计算。

$$w = \frac{A_2 m_1 P}{A_1 m_2} \quad (1)$$

式中:  $A_1$ 为参照物溶液中2甲4氯(灭草松)峰面积的平均值,  $mAU$ ;  $A_2$ 为被试物溶液中2甲4氯(灭草松)峰面积的平均值,  $mAU$ ;  $m_1$ 为参照物溶液中2甲4氯(灭草松)的质量,  $g$ ;  $m_2$ 为被试物2甲4氯(灭草松)的质量,  $g$ ;  $P$ 为参照物中2甲4氯(灭草松)的质量分数, %。

## 2 结果与分析

### 2.1 检测波长的选择

利用数据采集系统,采集被试物2甲4氯和灭草松在波长为190~400 nm范围内的紫外吸收光谱曲线。经与参照物紫外吸收光谱图比对,同时考虑溶剂吸收干扰以及各组分的灵敏度,最后优化选择的检测波长为230 nm。

### 2.2 线性相关性

按照确定的色谱条件,配制不同浓度的参照物溶液测定线性相关性。以2甲4氯(灭草松)的质量浓度为横坐标、峰面积为纵坐标绘制线性关系图(图3、图4)。2甲4氯和灭草松的线性回归方程分别为 $y=0.2117x-1.3252$ ,  $y=0.2163x+6.3608$ ,相关系数分别为0.999 2、0.999 7。2甲4氯和灭草松定量线性关系在浓度为60~500 mg/L范围内良好。

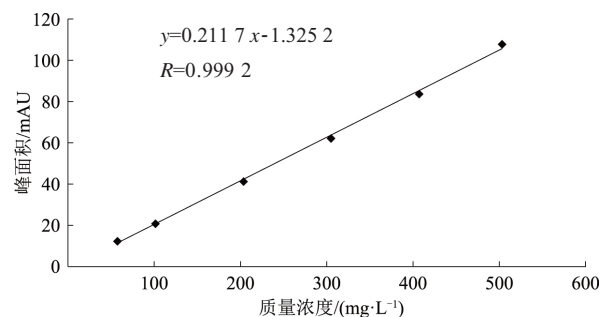


图3 2甲4氯线性关系图

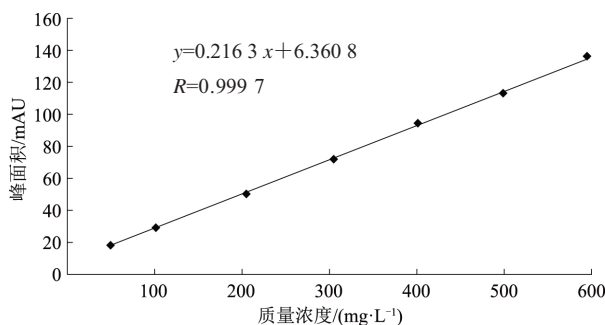


图4 灭草松线性关系图

### 2.3 方法的精密度

采用3批次的被试物38% 2甲4氯·灭草松可溶液剂,重复测定5次,考察定量分析方法的精密度(表1)。结果表明,2甲4氯和灭草松的变异系数分别为0.64%、0.58%,符合样品定量分析的要求。

表 1 精密度测定结果

有效成分	被试物批次	质量分数/%					平均值	标准偏差	变异系数/%
		1	2	3	4	5			
2甲4氯	1	4.999	5.004	4.963	4.943	4.953	4.972	0.032	0.64
	2	4.972	4.945	5.021	5.039	4.957	4.987		
	3	4.965	4.983	5.029	5.013	4.977	4.993		
灭草松	1	32.61	32.70	32.44	32.28	32.34	32.47	0.187	0.58
	2	32.65	32.37	32.49	32.26	32.69	32.49		
	3	32.73	32.51	32.62	32.20	32.45	32.50		

## 2.4 方法的准确度

在产品制剂空白中添加2甲4氯参照物、灭草松参照物,合成5批次组成与被试物38% 2甲4氯·灭草松可溶液剂相似的模拟被试物,作为准确度测定的被试物溶液,进行添加回收率试验,结果见表2。结果表明,2甲4氯和灭草松的平均添加回收率为99.74%、99.68%,方法的准确度较高,符合定量分析的要求。

表 2 准确度测定结果

有效成分	序号	添加量/mg	实测值/mg	回收率/%	平均回收率/%
2甲4氯	1	7.274	7.251	99.68	99.74
	2	7.299	7.267	99.56	
	3	7.325	7.279	99.37	
	4	7.209	7.232	100.32	
	5	7.238	7.223	99.79	
灭草松	1	47.281	47.867	101.24	99.68
	2	47.459	47.075	99.19	
	3	47.626	47.428	99.58	
	4	46.867	46.391	98.98	
	5	47.114	46.832	99.40	

## 3 结论

本研究建立的HPLC检测方法可同时快速检测38% 2甲4氯·灭草松可溶液剂中有效成分的质量分数,具有适中的保留时间以及较高的精密度与准确度,可有效用于质量检验机构和生产企业对2甲4氯和灭草松混配制剂的质量监控<sup>[6]</sup>。

### 参考文献

- [1] 赵文清,孙志远. 37.5% 2甲·灭草松水剂防除水稻田杂草试验初报[J]. 北方水稻, 2010, 40 (1): 61-63.
- [2] 闻秀娟,周丽燕. 2甲4氯·灭草松防治水稻田间杂草试验初报[J]. 浙江农业科学, 2008 (2): 170-173.
- [3] 张勇,路兴涛,孔繁华,等. 灭草松对甘薯的安全性及除草生物活性测定[J]. 现代农药, 2012, 11 (1): 54-56.
- [4] 杨淑娴,唐慧敏,徐成辰. 18% 2甲·双氟悬浮剂超高压液相色谱分析[J]. 现代农药, 2014, 13 (6): 27-29.
- [5] 刘刚. 2甲4氯钠与灭草松或砒嘧磺隆在马铃薯田混用具有重要应用前景[J]. 农药市场信息, 2018, 30 (6): 49.
- [6] 潘虹,孙长恩,顾爱国,等. 溴丁酰草胺原药的气相色谱分析方法[J]. 现代农药, 2015, 14 (1): 23-24; 28.

(责任编辑:徐娟)

(上接第 9 页)

- Exergy Efficiencies of Fish Oil Microencapsulation [J]. Power Technology, 2012, 225 (8): 107-117.
- [3] Zhang X P, Luo J, Zhang D X, et al. Porous Microcapsules with Tunable Pore Sizes Provide Easily Controllable Release and Bioactivity [J]. Journal of Colloid & Interface Science, 2018, 517 (14): 86-92.
  - [4] 王岩,郝宏燕. 固化条件对吡唑醚菌酯微囊悬浮剂的影响[J]. 农药, 2015, 54 (7): 503-506.
  - [5] 王宁,齐麟,王娅,等. 温度响应型吡唑醚菌酯微囊的制备与性能表征[J]. 农药学报, 2017, 19 (3): 381-387.
  - [6] 管磊,张鹏,王晓坤,等. 吡唑醚菌酯在水环境中的光解及微囊化对其光稳定性的影响[J]. 农业环境科学学报, 2015, 34 (8): 1493-1497.

- [7] 闫宪飞. 吡唑醚菌酯蜜胺树脂微囊悬浮剂的制备与表征[D]. 长春:吉林农业大学, 2018.
- [8] 芮佳佳,刘昆,刘训伟,等. 吡唑醚菌酯的混合剂型制备与表征[J]. 农药, 2017, 56 (10): 728-732.
- [9] 丑靖宇,谭利,孙俊,等. 330 g/L 二甲戊灵微囊悬浮剂的制备[J]. 农药, 2015, 54 (1): 26-30.
- [10] Manual on Development and Use of FAO and WHO Specifications for Pesticides [S]. FAO/WHO Joint Meeting on Pesticide Specifications (JMPS). 2010.
- [11] 廖沛峰,赖开平,罗桂新,等. 2%阿维菌素微胶囊水悬浮剂的制备[J]. 化工技术与开发, 2011, 40 (9): 18-20.
- [12] 丁向东. 用界面聚合法制备毒死蜱微胶囊悬浮剂[J]. 农药, 2007, 46 (10): 666-668.

(责任编辑:石凌波)