

2,4-二甲基-6-硝基苯酚(DMNT)分析的探讨

周小琴^{1,2}, 季海东³, 王娟⁴ (1. 南京工业大学, 江苏南京 211816; 2. 徐州医药高等职业学校, 江苏徐州 221116; 3. 南通江山农药化工股份有限公司, 江苏南通 226000; 4. 徐州生物工程高等职业学校, 江苏徐州 221006)

摘要 [目的] 探讨检测 2,4-二甲基-6-硝基苯酚样品含量的方法。[方法] 在试样中加入适量的丙酮, 以正十六烷为内标物, 在 HP-5 熔融石英毛细管柱上对试样进行气相色谱分离和测定。[结果] 在相同的色谱操作条件下, 对 5 个试样进行定量分析, 测得 2,4-二甲基-6-硝基苯酚的平均回收率为 99.85%; 在已知含量的 2,4-二甲基-6-硝基苯酚试样中, 加入不同量的 2,4-二甲基-6-硝基苯酚标样, 测得标准偏差为 0.22, 变异系数为 0.26%, 其线性方程为 $y = 984.5x - 28.36$, 相关系数为 0.996。[结论] 用该方法检测 2,4-二甲基-6-硝基苯酚样品含量, 具有快速、准确等优点, 且重现性、稳定性、分离效果均能满足产品的检验要求, 是一种较为理想的分析方法。

关键词 2,4-二甲基-6-硝基苯酚; 气相色谱; 检测

中图分类号 O657.7⁺1 文献标识码 A 文章编号 0517-6611(2008)32-13941-02

Discussion on DMNT Analysis

ZHOU Xiao-qin et al (Nanjing University of Technology, Nanjing, Jiangsu 211816)

Abstract [Objective] The aim was to explore the method for detecting the content of DMNT samples. [Method] Adding proper acetone to the tested samples, with the n-hexadecane as the internal standard, the samples were separated and detected by gas chromatography on the HP-5 fused silica capillary column. [Result] On the same operation condition of gas chromatography, the 5 samples were analyzed quantitatively and the average recovery rate of DMNT was detected, being 99.85%. Adding different doses of DMNT standard samples to the known content of tested DMNT samples, the standard deviation value was 0.22, the coefficient of variation was 0.26%, the linear equation was $y = 984.5x - 28.36$ and the correlation coefficient was 0.996. [Conclusion] Detecting the content of DMNT samples using the method had some advantages of rapid speed and accuracy, and its reproducibility, stability and separation effect all could meet the detecting demand of product, being an ideal detecting method.

Key words DMNT; Gas chromatography; Detection

2,4-二甲基-6-硝基苯酚是生产双甲胺草膦的一种重要的中间体, 其中双甲胺草膦原药是南通江山农药化工股份有限公司与南开大学元素有机化学研究所共同开发研制的一种水田、旱田两用的除草剂, 目前已经申请了农药登记。它是一种硫代磷酸酯类除草剂, 是一种选择性土壤处理剂, 在作物播后苗前或苗后, 杂草萌发出土盛期施药, 通过出土过程中的幼苗、幼根等吸收从而抑制植物分生组织的生长, 以达到除草的目的。可用于大豆、水稻、小麦和蔬菜等作物田, 防除一年生单、双子叶杂草。经上海、河北等地水稻以及天津、山东等地胡萝卜田试验具有 95% 以上的效果, 对作物安全^[1]。

1 材料与方法

1.1 试验材料及条件

1.1.1 仪器。气相色谱仪: HP-6890 气相色谱仪带氢火焰检测器、分流不分流毛细柱进样口及 HP-Chemstation 色谱工作站; 色谱柱: HP-5, 15.0 m × 530.0 μm × 1.5 μm 熔融石英毛细管柱; 色谱数据处理机; 10 μl 微量注射器。

1.1.2 试剂。DMNT 标准品: 98%; 内标物: 正十六烷, 色谱纯; 溶剂: 丙酮, 分析纯。

1.1.3 气相色谱操作条件。柱室温度: 起始温度 165 °C; 停留时间 12 min; 汽化室温度 250 °C; 检测器温度 250 °C。气体流速: 载气 N₂ 25 ml/min; 氢气 H₂ 40 ml/min; 空气 400 ml/min; 尾吹 25 ml/min。进样方式: 不分流进样。进样体积: 0.6 μl。在上述色谱条件下, 2,4-二甲基-6-硝基苯酚标样和样品的典型气相色谱图如图 1、2 所示。

1.2 试验方法 在试样中加入适量的丙酮, 以正十六烷为

作者简介 周小琴(1979-), 女, 江苏泰州人, 讲师, 从事药物分析研究。

收稿日期 2008-09-08

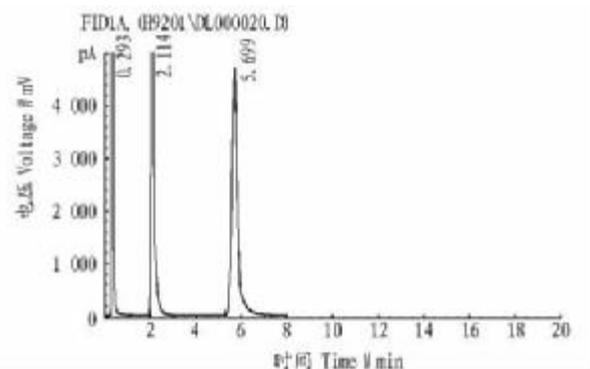


图 1 2,4-二甲基-6-硝基苯酚标样的气相色谱图

Fig. 1 Gas chromatography of DMNT standard sample

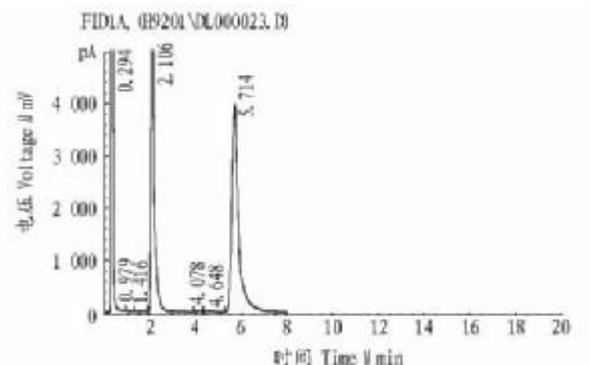


图 2 2,4-二甲基-6-硝基苯酚样品的气相色谱图

Fig. 2 Gas chromatography of DMNT sample

内标物, 在 HP-5 熔融石英毛细管柱上进行测定分析。

1.2.1 内标溶液配制。称取 2.5 g 正十六烷于 500 ml 容量瓶中, 用丙酮稀释至刻度, 摇匀, 配成 0.025 g/5 ml 的内标溶液。

1.2.2 标准溶液的配制。称取约含 DMNT 0.05 g 标样于 10 ml 具塞三角瓶中, 用移液管准确加入 5 ml 内标溶液, 摇匀配制成标样溶液。

1.2.3 样品溶液的配制。称取约含 DMNT 0.05 g 的样品于 10 ml 具塞三角瓶中,用移液管准确加入 5 ml 内标溶液,摇匀配制成标样溶液。

1.2.4 样品溶液的测定。在上述稳定条件下,仪器机械噪音稳定后,连续注入数针标样溶液,计算各针相对响应值,待相邻两针的相对响应值变化小于 1%,按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

1.2.5 结果与计算。将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中 DMNT 与内标物峰面积之比分别进行平均,DMNT 质量百分含量 x_1 按式(1)计算:

$$x_1 = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2} \times 100 \quad (1)$$

式中, r_1 为标样溶液中 DMNT 与内标物峰面积比的平均值; r_2 为试样溶液中 DMNT 与内标物峰面积比的平均值; p 为标样中 DMNT 的质量百分含量(%); m_1 为标样的质量(g); m_2 为试样的质量(g)。

2 结果与分析

2.1 方法的准确度试验^[2] 在已知含量的 2,4-二甲基-6-硝基苯酚试样中,加入不同量的 2,4-二甲基-6-硝基苯酚标样,配成 5 个已知样,在相同的色谱操作条件下进行定量分析,测得 2,4-二甲基-6-硝基苯酚的平均回收率为 99.85%(表 1)。

表 1 方法的准确度试验

Table 1 Accuracy test of the method

编号 Code	配制值 Preparation value	测定值 Measured value	绝对误差 Absolute error	相对误差 Relative error	回收率 Recovery rate
1	86.83	87.06	+0.23	+0.26	100.26
2	86.28	85.81	-0.53	-0.61	99.46
3	86.50	87.22	+0.72	+0.83	100.83
4	86.68	86.28	-0.40	-0.46	99.54
5	86.75	86.00	-0.75	-0.86	99.16

2.2 方法的精密度试验 用同一批 2,4-二甲基-6-硝基苯酚试样,分 5 次称量,采用气相色谱法进行测定,标准偏差为 0.22,变异系数为 0.26%,表明该方法精密度良好(表 2)。

2.3 线性关系曲线的测定 由少到多分别称取 5 个不同

表 2 方法的精密度试验

Table 2 Precision test of the method

编号 Code	称样量//g Sampling weighing	含量//% Content	平均值//% Mean value	标准偏差 Standard deviation	变异系数//% Coefficient of variation
1	0.0504 3	85.28	85.50	0.22	0.26
2	0.0503 5	85.84			
3	0.0502 3	85.58			
4	0.0510 8	85.61			
5	0.0500 2	85.17			

重量的 2,4-二甲基-6-硝基苯酚标样于具塞三角瓶中,用移液管准确加入 5 ml 内标溶液,摇匀配制成标样溶液。在规定的色谱条件下分别进样测定。以 2,4-二甲基-6-硝基苯酚的浓度 C (g/L) 为横坐标,2,4-二甲基-6-硝基苯酚的峰面积 A 为纵坐标,绘制线性关系曲线(图 3)。

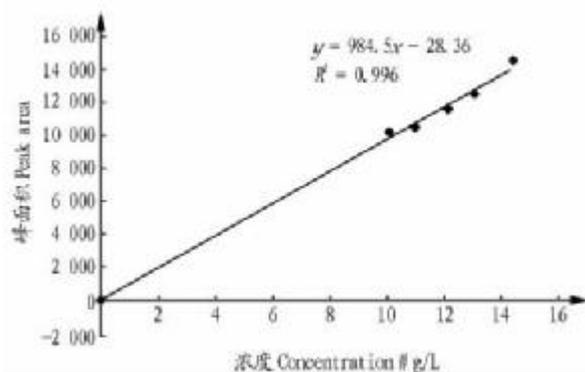


图 3 2,4-二甲基-6-硝基苯酚浓度与峰面积的线性关系

Fig. 3 Linear relationship between DMNT concentration and peak area

3 结论

综上所述,用该方法检测 2,4-二甲基-6-硝基苯酚样品含量,具有快速、准确等优点,且重现性、稳定性、分离效果均能满足产品的检验要求,是一种较为理想的分析方法。

参考文献

- [1] 戴宝江. 新农药介绍[J]. 农药科学与管理, 2005(8): 45-46.
- [2] 赵海燕, 唐光传. 3-甲基-4-硝基苯酚的气相色谱分析[J]. 宁波化工, 2007(21): 31-33.
- [2] 程长进. 我国冷却水处理剂开发热点及展望[J]. 精细与专用化学品, 1998(10): 6-7.
- [3] 周德庆. 微生物教程[M]. 北京: 高等教育出版社, 1993: 49-58.
- [4] 周轩榕, 卢滇楠, 邵曼君, 等. 表面接枝季铵盐型高分子材料抗菌过程的特性研究[J]. 高等学校化学学报, 2003, 24(6): 1131-1135.
- [5] 赵天波, 李凤艳, 汪燮卿, 等. 带长链烷基季铵盐杀菌活性官能团树脂的合成[J]. 环境污染治理技术与设备, 2002, 3(10): 68-71.
- [6] TOMIKI IKEDA, SHIGEO TAZUKE. Biologically active. polycations: synthesis and antimicrobial activity of poly(tri-alkylvinylbenzyl ammonium chloride)s[J]. Makromol Chem, 1984, 185: 869-876.
- [7] SAUVET G, DUPOND S, KAZMIERSKI K, et al. Biocidal polymers active by contact. V. Synthesis of polysiloxanes with biocidal activity[J]. J Appl Polym Sci, 2000, 75: 1005-1012.
- [8] LIN J, QIU S, KIM LEWIS, et al. Mechanism of bactericidal and fungicidal activities of textiles covalently modified with alkylated polylenimine[J]. Biotechnology and Bioengineering, 2003, 83(2): 168-172.
- [9] LIN J, QIU S Y, KLIBANOV A M. Bactericidal properties of flat surfaces and nanoparticles derivatized with alkylated polyethylenimines[J]. Biotechnol Prog, 2002, 18: 1082.
- [10] 中华人民共和国卫生部. 消毒技术规范[S]. 北京: 中国标准出版社, 2002.

(上接第 13940 页)

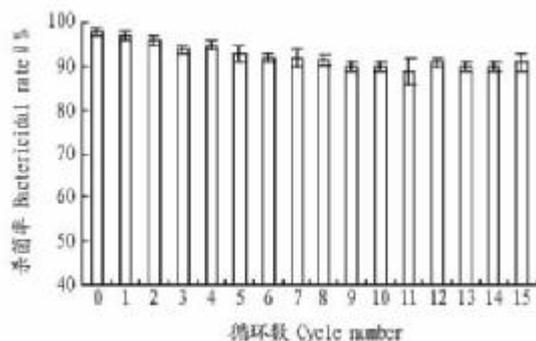


图 2 杀生剂重复利用性能

Fig. 2 Properties of biocide reuse

(4) 固定化高分子杀生剂具有良好的抗菌重复利用性能。

参考文献

- [1] 谭美军. 工业水处理杀菌剂的概况[J]. 中氮肥, 1995(2): 15-18.