

◆ 农药分析 ◆

# 5%唑啞草酯·双氟磺草胺可分散油悬浮剂 高效液相色谱分析

潘静<sup>1</sup>, 徐妍<sup>1</sup>, 傅杨<sup>2</sup>, 东琴<sup>1</sup>, 刘润峰<sup>1</sup>, 高敬雨<sup>1</sup>, 金鼎俊<sup>2</sup>

(1. 北京明德立达农业科技有限公司, 北京 102206 2. 云南农业大学, 昆明 650201)

**摘要:**采用高效液相色谱,以乙腈+0.05%磷酸水溶液为流动相,使用C<sub>18</sub>反相柱和紫外可变波长检测器,在260 nm波长下对5%唑啞草酯·双氟磺草胺可分散油悬浮剂中有效成分进行分离和定量分析。结果表明,唑啞草酯、双氟磺草胺的线性相关系数分别为0.999 2和0.999 3,标准偏差分别为0.09和0.02,变异系数分别为2.05%和2.44%,平均回收率分别为99.28%和99.69%。

**关键词:**唑啞草酯;双氟磺草胺;高效液相色谱;分析

中图分类号:TQ 450.7 文献标志码:A doi:10.3969/j.issn.1671-5284.2017.04.008

## Analysis of Pinoxaden + Florasulam 5% OD by HPLC

PAN Jing<sup>1</sup>, XU Yan<sup>1</sup>, FU Yang<sup>2</sup>, DONG Qin<sup>1</sup>, LIU Run-feng<sup>1</sup>, GAO Jing-yu<sup>1</sup>, JIN Ding-jun<sup>2</sup>

(1. Beijing Mindleader Agrosience Co., Ltd., Beijing 102206, China; 2. Yunnan Agricultural University, Kunming 650201, China)

**Abstract:** A method for separation and quantitative analysis of pinoxaden + florasulam 5% OD by HPLC was described, using acetonitrile and phosphoric acid solution (0.05%) as mobile phase, on ZORBAX SB-C<sub>18</sub> column and UV-absorbance detector, at 260 nm wavelength. The results showed that the linear correlation coefficients of pinoxaden and florasulam were 0.999 2 and 0.999 3, the standard deviations were 0.09 and 0.02, the variation coefficients were 2.05% and 2.44%, and the average recoveries were 99.28% and 99.69%, respectively.

**Key words:** pinoxaden; florasulam; HPLC; analysis

唑啞草酯,英文名称 pinoxaden, CAS号 243973-20-8,分子式C<sub>23</sub>H<sub>32</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>,化学名称8-(2,6-二乙基-4-甲基苯基)-1,2,4,5-四氢-7-氧代-7H-吡唑并[1,2-d][1,4,5]杂氧二氮杂卓-9-基2,2-二甲基丙酸酯。唑啞草酯是由瑞士先正达作物保护有限公司开发的新苯基吡唑啞类除草剂<sup>[1]</sup>。该药通过抑制乙酰辅酶A羧化酶(ACCase),阻止脂肪酸的合成,破坏细胞膜的含脂结构,从而导致杂草死亡。唑啞草酯具有内吸传导性,主要用于防除多种一年生禾本科杂草,如燕麦属、黑麦草属、藜草属和狗尾草属等<sup>[1-3]</sup>。

双氟磺草胺,英文名称 florasulam, CAS号 145701-23-1,分子式C<sub>12</sub>H<sub>8</sub>F<sub>3</sub>N<sub>5</sub>O<sub>3</sub>S,化学名称2',6'-二

氟-5-甲氧基-8-氟[1,2,4]三唑[1,5-c]嘧啶-2-磺酰苯胺。双氟磺草胺是美国陶氏益农公司开发的三唑并嘧啶磺酰胺类除草剂<sup>[4]</sup>。其主要用于苗后防除阔叶杂草,如猪殃殃、繁缕、蓼等,有效成分用量为3~10 g/hm<sup>2</sup>。双氟磺草胺为乙酰乳酸合成酶(ALS)抑制剂,对麦类作物与草坪具有高度选择性,可广泛应用于冬小麦、冬大麦、春小麦、春大麦、草坪、洋葱及草地、牧场等<sup>[5]</sup>。

唑啞草酯和双氟磺草胺复配能有效防除小麦田一年生禾本科杂草、阔叶杂草,速效性好,杀草谱广。目前,关于唑啞草酯和双氟磺草胺单剂的分析方法已有报道<sup>[2,5]</sup>。有关唑啞草酯和双氟磺草胺复配

收稿日期:2016-12-30

基金项目:云南省科技惠民计划专项(2016RA007)

作者简介:潘静(1974—),女,安徽省凤阳县人,工程师,主要从事农药质量分析与检测工作。E-mail: panjing@mdldagro.com

可分散油悬浮剂的液相色谱分析,目前尚未见公开报道。

本文采用反相高效液相色谱,使用 $C_{18}$ 反相柱及紫外可变波长检测器,对两者复配产品中有效成分进行分离和定量分析。此方法同时适用于唑啉草酯和双氟磺草胺原药及制剂的分析,具有简便、快速、准确、灵敏度高、重复性好的特点。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器与试剂

高效液相色谱仪(Agilent 1260),具可变波长紫外检测器;色谱数据处理工作站;不锈钢色谱柱(150 mm × 4.6 mm),内装ZORBAX SB- $C_{18}$ 填充物,粒径5  $\mu\text{m}$ ,过滤器(滤膜孔径0.45  $\mu\text{m}$ );进样器(50  $\mu\text{L}$ );超声波清洗器。

乙腈(色谱纯);磷酸(分析纯);水(新蒸2次蒸馏水);唑啉草酯标样( $\geq 98.0\%$ )、双氟磺草胺标样( $\geq 98.0\%$ ),沈阳化工研究院有限公司;5%唑啉草酯·双氟磺草胺可分散油悬浮剂,江苏明德立达作物科技有限公司。

### 1.2 液相色谱操作条件

流动相:乙腈+水(0.05%磷酸水溶液),体积比65:35;流速:1.0 mL/min;柱温:25 $^{\circ}\text{C}$ ;检测波长:260 nm;进样体积:10  $\mu\text{L}$ 。保留时间:唑啉草酯约5.4 min,双氟磺草胺约2.3 min。唑啉草酯、双氟磺草胺标样及试样液相色谱图见图1、图2。图2中,8.8 min处色谱峰为吡唑解草酯。

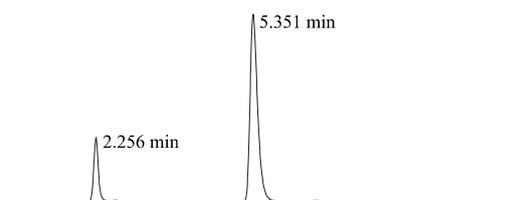


图1 标样液相色谱图

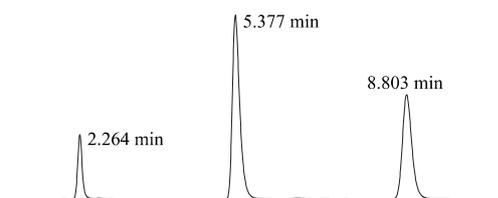


图2 试样液相色谱图

### 1.3 测定步骤

#### 1.3.1 标样溶液的配制

称取唑啉草酯标样约26 mg、双氟磺草胺标样约5 mg(精确至0.2 mg)于50 mL容量瓶中,用乙腈溶

解并定容,摇匀后备用。

#### 1.3.2 试样溶液的配制

称取制剂试样约610 mg(精确至0.2 mg)于50 mL容量瓶中,用乙腈溶解、定容,摇匀后离心,取上清液备用。

#### 1.3.3 测定

在上述操作条件下,待仪器稳定后,连续注入数针标样溶液,直至相邻2针中唑啉草酯、双氟磺草胺响应值相对变化小于1.5%时,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。

#### 1.3.4 计算

将测得的2针试样溶液以及试样前后2针标样溶液中的唑啉草酯、双氟磺草胺峰面积分别进行平均。试样中唑啉草酯、双氟磺草胺质量分数 $w(\%)$ 按下式计算。

$$w/\% = \frac{A_2 \times m_1 \times P}{A_1 \times m_2}$$

式中: $A_1$ —标样溶液中,唑啉草酯(双氟磺草胺)峰面积的平均值; $A_2$ —试样溶液中,唑啉草酯(双氟磺草胺)峰面积的平均值; $m_1$ —唑啉草酯(双氟磺草胺)标样质量/g; $m_2$ —试样质量/g; $P$ —标样中唑啉草酯(双氟磺草胺)质量分数/%。

## 2 结果与分析

### 2.1 色谱条件的选择

采用紫外可见分光光度计UV-1800在190~400 nm波长范围内进行紫外扫描。唑啉草酯在200~230 nm、255~275 nm均有较大吸收,双氟磺草胺在190~210 nm、245~275 nm均有较大吸收。考虑到溶剂及助剂对吸收的影响,以及样品中两组分的峰高及峰面积尽量接近,最终选定以260 nm作为检测波长(见图3)。

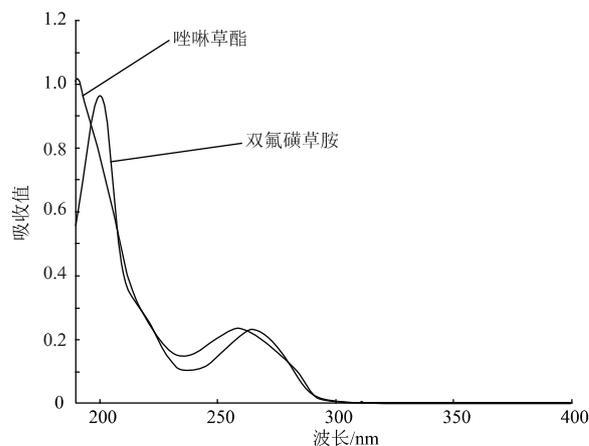


图3 唑啉草酯、双氟磺草胺紫外扫描图

色谱柱选择常规使用的ZORBAX SB-C<sub>18</sub>反相柱。根据唑啉草酯、双氟磺草胺理化性质,用乙腈溶解标样及试样,选择乙腈和磷酸水溶液作为流动相。为了得到较好的分离效果和峰形,将流动相按不同体积比在色谱柱上进行选择比较试验。当流速控制在1.0 mL/min,乙腈+0.05%磷酸水溶液(体积比65:35)为流动相时,有效成分与杂质能有效分离,峰形对称,基线平稳,保留时间短。

## 2.2 分析方法的线性相关性试验

按1.3.1中方法配制不同质量浓度的唑啉草酯、双氟磺草胺标样溶液,在上述色谱条件下,每个浓度重复进样2次,当相邻2针的峰面积相对偏差小于1%,求其峰面积平均值。以两者质量浓度为横坐标,峰面积值为纵坐标绘制标准曲线。得唑啉草酯线性方程为 $y=16.0039x+148.7973$ ,相关系数 $R^2=0.9992$ (见图4);双氟磺草胺线性方程为 $y=17.4132x-2.7702$ ,相关系数 $R^2=0.9993$ (见图5)。表明方法线性关系良好。

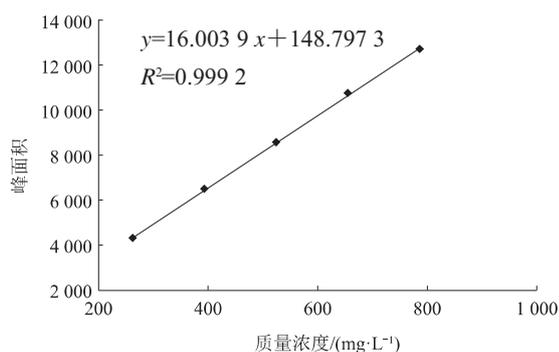


图4 唑啉草酯线性关系图

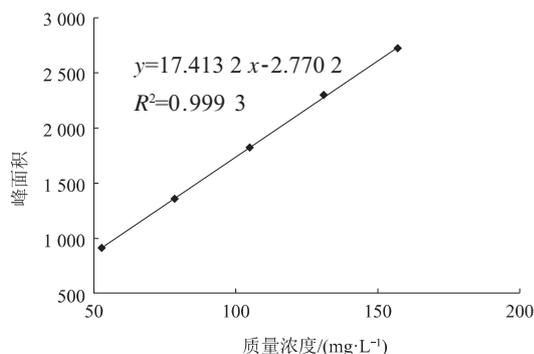


图5 双氟磺草胺线性关系图

## 2.3 分析方法的精密度试验

选取有代表性的5%唑啉草酯·双氟磺草胺可分散油悬浮剂试样,在上述色谱操作条件下平行测定5次。唑啉草酯和双氟磺草胺的标准偏差分别为0.09和0.02,变异系数分别为2.05%和2.44%,结果见表1。

表1 分析方法的精密度测定结果

有效成分	质量分数/%					平均值	标准偏差	变异系数/%
	1	2	3	4	5			
唑啉草酯	4.34	4.28	4.51	4.44	4.38	4.39	0.09	2.05
双氟磺草胺	0.79	0.85	0.82	0.84	0.81	0.82	0.02	2.44

## 2.4 分析方法的准确度试验

采用标准添加法,在5%唑啉草酯·双氟磺草胺可分散油悬浮剂试样中加入一定量的唑啉草酯、双氟磺草胺标样,再按上述色谱操作分析方法进行分析。唑啉草酯的平均回收率为99.28%,双氟磺草胺的平均回收率为99.69%,结果见表2。

表2 分析方法的准确度测定结果

有效成分	序号	理论值/mg	测定值/mg	回收率/%	平均回收率/%
唑啉草酯	1	25.81	25.74	99.73	99.28
	2	26.13	25.63	98.09	
	3	26.25	26.11	99.47	
	4	26.49	26.07	98.41	
	5	26.08	26.26	100.69	
双氟磺草胺	1	5.06	5.01	99.01	99.69
	2	5.17	5.28	102.13	
	3	5.22	5.13	98.28	
	4	5.28	5.25	99.43	
	5	4.95	4.93	99.60	

## 3 结论

本文提出的5%唑啉草酯·双氟磺草胺可分散油悬浮剂中有效成分的分析方法,同时适用于唑啉草酯、双氟磺草胺原药及制剂的分析。试验结果表明,唑啉草酯、双氟磺草胺在试验浓度范围内线性关系良好,方法准确度和精密度较高,且操作简便、快速、准确,是产品质量控制和应用研究中较为理想的分析方法。

### 参考文献

- [1] 万琴. 除草剂唑啉草酯的合成研究[J]. 现代农药, 2015, 14(2): 25-27.
- [2] 武鹏, 于荣. 5%唑啉草酯乳油高效液相色谱分析方法研究[J]. 农药科学与管理, 2016, 37(4): 48-50.
- [3] 叶莹. 新颖除草剂——唑啉草酯[J]. 世界农药, 2014, 36(1): 60-61.
- [4] 刘长令. 世界农药大全: 除草剂卷[M]. 北京: 化学工业出版社, 2008: 100-101.
- [5] 张鹏, 刘伟, 唐永军, 等. 双氟磺草胺的液相色谱分析方法研究[J]. 山东化工, 2010, 39(9): 36-38.

(责任编辑:柏亚罗)