

◆ 农药分析 ◆

磺酰磺隆高效液相色谱法定量检测和研究

万宏剑, 王 俊, 王金菊, 高晨琛, 曹 斌, 王洪雷

(江苏省农药研究所股份有限公司, 南京 210046)

摘要: 采用高效液相色谱, 以乙腈、水和冰乙酸为流动相, 使用Agilent SB-C₁₈色谱柱和紫外可变波长检测器, 在235 nm波长下对磺酰磺隆进行定量分析。结果表明: 磺酰磺隆线性相关系数为0.999 9; 标准偏差为0.33, 变异系数为0.34%; 平均回收率为99.72%。

关键词: 磺酰磺隆; 液相色谱; 定量分析

中图分类号: TQ 450.7 文献标志码: A doi: 10.3969/j.issn.1671-5284.2017.06.010

Analytical Method of Sulfosulfuron Technical by HPLC

WAN Hong-jian, WANG Jun, WANG Jin-ju, GAO Chen-chen, CAO Bin, WANG Hong-lei

(Jiangsu Pesticide Research Institute Co., Ltd., Nanjing 210046, China)

Abstract: A method for separation and quantitative analysis of sulfosulfuron by HPLC was described, using acetonitrile, water and acetic acid as mobile phase, on Agilent SB-C₁₈ column and UV-absorbance detector, at 235 nm wavelength. The results showed that the linear correlation coefficient of the method was 0.999 9, the standard deviation was 0.33, the variation coefficient was 0.34%, and the average recovery was 99.72%.

Key words: sulfosulfuron; HPLC; quantitative analysis

磺酰磺隆(sulfosulfuron)是由日本武田化学工业株式会社(现住友化学)研制, 并与孟山都公司共同开发的磺酰脲类除草剂^[1]。磺酰磺隆具有内吸性, 通过杂草根和叶吸收, 并在杂草体内迅速传导。其通过阻碍缬氨酸和异亮氨酸的生物合成, 致使细胞停止分裂, 杂草停止生长, 而后枯死。在10~35 g/hm²有效成分用量下, 磺酰磺隆可有效防除一年生和多年生禾本科杂草和部分阔叶杂草^[2]。

目前, 在CIPAC、FAO、国家标准和行业标准中, 磺酰磺隆检测方法未见报道^[3]。本文采用高效液相色谱法, 对磺酰磺隆进行定量分析。此方法具有操作简便、分离效果好、准确度高、重复性好的特点。

1 试验部分

1.1 仪器与试剂

液相色谱: 日本岛津超高效液相色谱仪UFLC-20ADxr, 带紫外可变波长检测器; 脱气机DGU-20A; 柱温箱CTO-20A; 自动进样器SIL-20Axr; Lab-

solution色谱数据处理软件。磺酰磺隆标样(质量分数99.5%), 德国Dr.Ehrenstorfer GmbH公司; 磺酰磺隆原药试样(98.5%), 市购产品; 乙腈(色谱纯)、水(2次重蒸水)、冰乙酸(分析纯)。

1.2 色谱条件

色谱柱: Agilent SB-C₁₈(250 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相: 乙腈+水+冰乙酸(体积比75:25:0.1); 流速: 1.0 mL/min; 柱温: 40℃; 检测波长: 235 nm; 进样量: 5.0 μL。磺酰磺隆相对保留时间约4.7 min。

1.3 测定步骤

1.3.1 标样溶液配制

称取标样0.1 g(精确至0.000 2 g)于50 mL容量瓶中, 加入乙腈定容至刻度, 超声溶解后, 冷却至室温, 摇匀。准确移取上述母液5.0 mL于25 mL容量瓶中, 加入乙腈稀释至刻度, 摇匀, 用滤膜过滤后备用。

1.3.2 试样溶液配制

称取试样0.1 g(精确至0.000 2 g)于50 mL容量瓶中, 加入乙腈定容至刻度, 超声溶解, 冷却至室

收稿日期: 2017-04-01

作者简介: 万宏剑(1981—), 男, 江苏省盱眙县人, 工程师, 主要从事农药产品检测工作。E-mail: 595539701@qq.com

温摇匀。准确移取上述母液5.0 mL到25 mL容量瓶中,加入乙腈稀释至刻度,摇匀,用滤膜过滤后备用。

1.3.3 测定

按照1.2色谱条件测定,待仪器基线稳定后,连续注入数针标样溶液,直至相邻2针磺酰磺隆峰面积相对变化小于1.0%,按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液顺序进行测定。磺酰磺隆标样和试样色谱图见图1、图2。

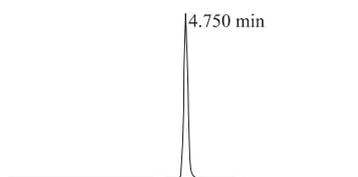


图1 磺酰磺隆标样色谱图

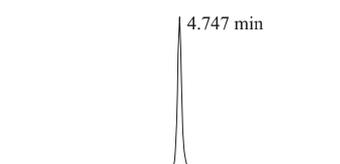


图2 磺酰磺隆试样色谱图

1.4 计算

将测得的标样溶液和试样溶液中磺酰磺隆峰面积分别进行平均,磺酰磺隆质量分数 $w(\%)$ 按下式计算。

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

式中: A_1 —标样溶液中,磺酰磺隆峰面积的平均值; A_2 —试样溶液中,磺酰磺隆峰面积的平均值; m_1 —磺酰磺隆标样的质量,g; m_2 —试样的质量,g; P —标样中磺酰磺隆的质量分数,%。

2 结果与讨论

2.1 色谱条件的选择

通过带紫外可变波长检测器液相色谱的数据采集功能,获得磺酰磺隆的紫外吸收谱图(图3)。从图中看出,磺酰磺隆在199 nm、208 nm、211 nm、235 nm、275 nm、280 nm附近均有较大吸收。在235 nm波长下,磺酰磺隆受溶剂干扰比较小,紫外吸收强度适中,因此将检测波长选择为235 nm。

根据磺酰磺隆的理化性质,分别以甲醇+0.1%

乙酸水溶液、甲醇+0.1%磷酸水溶液、甲醇+水为流动相,进行梯度和等度洗脱。结果显示,所得色谱峰峰形前沿与拖尾现象严重,峰形对称性差。为得到较好分离度和对称色谱峰,以乙腈+水+冰乙酸(体积比为75:25:0.1)为流动相进行液相分离检测。在流速为1.0 mL/min时,基线平稳,峰形对称,分析时间较短。

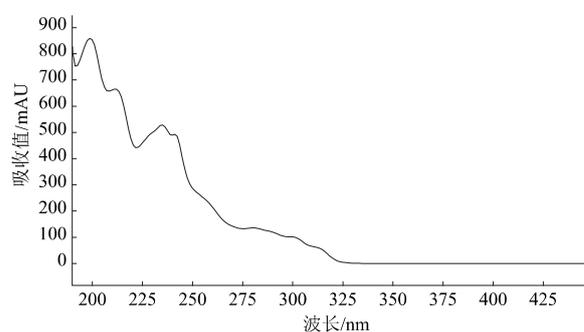


图3 磺酰磺隆紫外吸收谱图

2.2 分析方法的线性相关性

称取标样0.205 2 g于100 mL容量瓶中,加入乙腈溶解、定容,配制成已知质量浓度的标样母液,分别移取1.0 mL、2.0 mL、5.0 mL、10.0 mL、20.0 mL于25 mL容量瓶中,加入乙腈定容,摇匀。按1.2色谱条件测定。以标样质量浓度(mg/L)为横坐标,峰面积为纵坐标绘制标准曲线,得到磺酰磺隆线性关系曲线(图4)。磺酰磺隆的线性方程为 $y=31\ 513\ x-70\ 573$,相关系数 $R^2=0.999\ 9$ 。

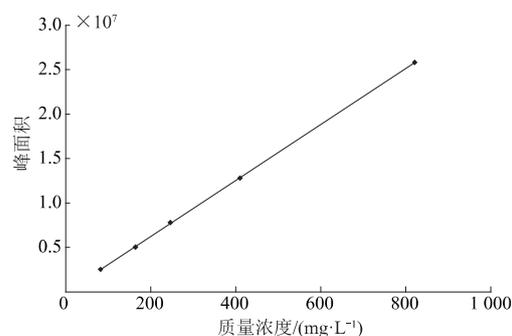


图4 磺酰磺隆线性关系图

2.3 分析方法的精密度测定

在1.2色谱条件下,对磺酰磺隆平行测定6次。磺酰磺隆质量分数的平均值为98.40%,标准偏差为0.33,变异系数为0.34%。结果见表1。

表1 分析方法精密度试验结果

有效成分	质量分数/%						平均值	标准偏差	变异系数/%
	1	2	3	4	5	6			
磺酰磺隆	98.65	98.52	98.11	98.88	98.04	98.20	98.40	0.33	0.34

(下转第40页中)

统计分析结果显示:吡唑醚菌酯的标准偏差为0.032,变异系数为0.16%;叶菌唑的标准偏差为0.028,变异系数为0.27%。

2.4 分析方法的准确度测定

采用标样添加法,在已知含量的试样中分别添加一定量的标样,按照上述测定方法进行测定。测得吡唑醚菌酯的平均回收率为99.4%,叶菌唑的平均回收率为99.6%,见表2。

表2 准确度实验结果

有效成分	序号	添加量/ g	实测值/ g	回收率/ %	平均 回收率/%
吡唑醚菌酯	1	0.014 4	0.014 3	99.3	99.4
	2	0.021 2	0.021 1	99.5	
	3	0.031 9	0.031 6	99.1	
	4	0.045 7	0.045 8	100.2	
	5	0.053 2	0.052 7	99.1	
叶菌唑	1	0.013 5	0.013 4	99.3	99.6
	2	0.026 5	0.026 3	99.3	
	3	0.034 9	0.034 7	99.4	
	4	0.041 8	0.041 9	100.2	
	5	0.053 8	0.053 7	99.8	

(上接第35页)

2.4 分析方法的准确度测定

称取5份已知质量分数的磺酰磺隆试样,每份样品中分别加入2.2中配制的标样母液2.0 mL,按照1.2色谱条件测定其中磺酰磺隆总质量并计算回收率,结果见表2。测得磺酰磺隆回收率在99.38%~100.37%之间,平均回收率为99.72%。该方法准确度较高,满足定量分析要求。

表2 分析方法准确度试验结果

序号	理论质量/mg	实测量/mg	回收率/%	平均回收率/%
1	88.03	87.59	99.50	99.72
2	91.60	91.03	99.38	
3	92.86	92.50	99.62	
4	93.88	93.61	99.71	
5	93.37	93.71	100.37	

(上接第37页)

中2-巯基苯并噻唑质量。结果显示,方法回收率为90.0%~108.3%,平均回收率为99.8%(见表2)。

3 结论

本方法简单易操作,可以准确测出苯噻酰草胺原药中杂质2-巯基苯并噻唑的质量分数。该方法满足原药生产的过程控制和最终产品的质量检验

3 结论

本方法可同时测定30%吡唑醚菌酯·叶菌唑水乳剂中吡唑醚菌酯、叶菌唑质量分数。方法精密度和准确度较高,线性关系良好,具有简便、快速、分离效果好等特点,是一种可行的分析方法,可满足产品检验的要求。

参考文献

- [1] 杨丽娟,柏亚罗. 甲氧基丙烯酸酯类杀菌剂——吡唑醚菌酯[J]. 现代农药, 2012, 11 (4): 46-50; 56.
- [2] 刘长令. 国外农药品种手册(增补本)[M]. 沈阳: 全国农药工业信息站, 2000: 164-165.
- [3] 王秀云,叶进刚,张晓茹,等. 12%己唑醇·吡唑醚菌酯悬浮剂的高效液相色谱分析[J]. 世界农药, 2014, 36 (2): 55-57.
- [4] 徐妍,丁维成,王昌锦,等. 30%唑醚·戊唑醇悬浮剂的高效液相色谱分析方法[J]. 现代农药, 2016, 15 (1): 19-21.
- [5] 陈根良,夏俊,刘春杰,等. 叶菌唑原药高效液相色谱分析方法研究[J]. 农药科学与管理, 2014, 35 (9): 43-45.

(责任编辑:柏亚罗)

3 结论

试验结果表明,该方法准确度和精密度较高,线性关系良好,具有简便、快速、准确及分离效果好的优点,完全符合定量要求,是一种行之有效的分析方法。

参考文献

- [1] 刘长令. 世界农药大全: 除草剂卷 [M]. 北京: 化学工业出版社, 2002: 64-65.
- [2] 李明. 75%磺酰磺隆WG防除春小麦田杂草及安全性研究 [J]. 现代农药, 2014, 13 (4): 48-51.
- [3] 张晓丹,云自厚. 液相色谱检测方法 [M]. 北京: 化学工业出版社, 2005: 19-66.

(责任编辑:顾林玲)

要求。

表2 准确度试验结果

序号	待测组 分量/ μg	理论值/ μg	实测值/ μg	回收率/ %	平均回收率/ %
1	3.442	3.500	6.592	90.0	99.8
2	3.484	3.500	6.699	91.9	
3	3.513	3.500	7.305	108.3	
4	3.541	3.500	7.300	107.4	
5	3.583	3.500	7.134	101.5	

(责任编辑:顾林玲)