

◆ 农药分析 ◆

24%苯唑草酮·烟嘧磺隆·莠去津可分散油悬浮剂 高效液相色谱分析

潘 静,高敬雨,刘润峰,东 琴

(北京明德立达农业科技有限公司 北京 102206)

摘要:建立高效液相色谱法,采用乙腈和水(0.05%磷酸水溶液)为流动相,使用反相色谱柱C₈和紫外可变波长检测器,在245 nm波长下对24%苯唑草酮·烟嘧磺隆·莠去津可分散油悬浮剂进行分离和定量分析。结果表明:苯唑草酮、烟嘧磺隆、莠去津的线性相关系数分别为0.999 6、0.999 2和0.999 5,标准偏差分别为0.055、0.063和0.210,变异系数分别为2.59%、2.99%和1.03%,平均回收率分别为98.41%、99.54%和99.23%。该方法操作简单、快速、准确。

关键词:苯唑草酮;烟嘧磺隆;莠去津;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.1671-5284.2018.03.008

Analysis of Topramezone + Nicosulfuron + Atrazine 24% OD by HPLC

PAN Jing, GAO Jing-yu, LIU Run-feng, DONG Qin

(Beijing Mindleader Agrosience Co., Ltd., Beijing 102206, China)

Abstract: A method for separation and quantitative analysis of topramezone + nicosulfuron + atrazine 24% OD was established by HPLC, using acetonitrile and 0.05% phosphoric acid solution as mobile phase, on ZORBAX Eclipse Plus C₈ column and UV-absorbance detector, at 245 nm wavelength. The results showed that the linear correlation coefficients of topramezone, nicosulfuron and atrazine were 0.999 6, 0.999 2 and 0.999 5, the standard deviations were 0.055, 0.063 and 0.210, the variation coefficients were 2.59%, 2.99% and 1.03%, the average recoveries were 98.41%, 99.54% and 99.23%, respectively. The method was simple, rapid, accurate, and suitable for the qualitative and quantitative analysis.

Key words: topramezone; nicosulfuron; atrazine; HPLC; analysis

苯唑草酮(topramezone)是由巴斯夫公司发现和开发的吡唑酮类除草剂,为对羟基苯基丙酮酸双氧化酶(HPPD)抑制剂。其用于玉米,苗后施用防除一年生禾本科杂草和阔叶杂草,对草甘膦、三嗪类、乙酰乳酸合成酶(ALS)抑制剂和乙酰辅酶A羧化酶(ACCase)抑制剂等抗性杂草有很好的防除效果^[1-2]。

烟嘧磺隆(nicosulfuron)是日本石原产业株式会社发现,日本石原产业与美国杜邦公司联合开发的磺酰脲类除草剂。其具有内吸性,施用后被植物的叶和根吸收,并在木质部和韧皮部迅速传导。烟嘧磺隆主要用于玉米,防除一年生和多年生禾本科杂草及部分阔叶杂草。其用量低,防效好,且对玉米

安全^[1,3]。

莠去津(atrazine)为Geigy化学公司1952年研制开发的三嗪类除草剂。其为内吸传导型除草剂,具有选择性,苗前、苗后皆可施用^[1]。莠去津适用于玉米、高粱、甘蔗、果园和林地等,防除多种一年生阔叶杂草,对某些多年生杂草也有一定的抑制作用^[4]。

苯唑草酮、烟嘧磺隆和莠去津三者复配用于防除小麦田一年生禾本科、阔叶杂草,具有速效性好,杀草谱广的特点。苯唑草酮、烟嘧磺隆和莠去津单剂或与其它品种复配制剂的分析方法已有报道^[3,5-6]。有关苯唑草酮、烟嘧磺隆和莠去津三者复配可分散油悬浮剂的液相色谱分析方法尚未见公开报道。

收稿日期:2017-11-27;修回日期:2018-03-20

作者简介:潘静,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

本文采用反相高效液相色谱法,使用 C_8 反相柱、紫外可变波长检测器,对24%苯唑草酮·烟嘧磺隆·莠去津可分散油悬浮剂中有效成分进行分离和定量分析。此方法同时适用于苯唑草酮、烟嘧磺隆和莠去津原药及制剂的分析,具有简便、快速、准确,灵敏度高,重复性好的特点。

1 试验部分

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,色谱柱:不锈钢柱(250 mm×4.6 mm),内装ZORBAX Eclipse Plus C_8 填充物,粒径5 μm ,过滤器:滤膜孔径0.45 μm ,进样器:100 μL 超声波清洗器。

乙腈:色谱纯;磷酸:分析纯;水:新蒸2次蒸馏水;苯唑草酮标样($\geq 98.0\%$)、烟嘧磺隆标样($\geq 98.0\%$)、莠去津标样($\geq 98.0\%$),沈阳化工研究院有限公司;24%苯唑草酮·烟嘧磺隆·莠去津可分散油悬浮剂(2%苯唑草酮+2%烟嘧磺隆+20%莠去津),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+0.05%磷酸水溶液(体积比45:55);流速:1.0 mL/min;柱温:25 $^{\circ}\text{C}$;检测波长:245 nm;进样体积:5 μL 。在此条件下,苯唑草酮保留时间约为3.2 min,烟嘧磺隆约为4.1 min,莠去津约为8.2 min。试样液相色谱图见图1。

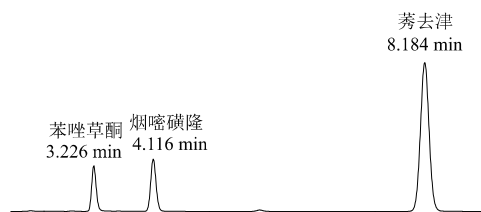


图1 试样液相色谱图

1.3 测定步骤

1.3.1 标样溶液的配制

称取苯唑草酮标样约5 mg、烟嘧磺隆标样约5 mg、莠去津标样约50 mg(精确至0.000 02 g)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

称取试样约245 mg(精确至0.000 02 g)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 测定及计算

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针中对应有效成分响应值相对变化小于1.5%。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。

将测得的2针试样溶液以及试样前后2针标样溶液中的苯唑草酮、烟嘧磺隆、莠去津峰面积分别进行平均。试样中各有效成分质量分数 $w(\%)$ 按下式计算。

$$w/\% = \frac{A_2 \times m_1 \times P}{A_1 \times m_2} \times 100$$

式中: A_1 —标样溶液中,苯唑草酮(或烟嘧磺隆、莠去津)峰面积的平均值; A_2 —试样溶液中,苯唑草酮(或烟嘧磺隆、莠去津)峰面积的平均值; m_1 —苯唑草酮(或烟嘧磺隆、莠去津)标样的质量, g; m_2 —试样的质量, g; P —标样中苯唑草酮(或烟嘧磺隆、莠去津)的质量分数, %。

2 结果与分析

2.1 色谱条件的选择

通过紫外可见分光光度计UV-1800在190~400 nm波长进行紫外扫描。苯唑草酮在200.2~250.0 nm以及280.4 nm处有较大吸收,烟嘧磺隆在197.4 nm处有较大吸收,且在230.0~260.0 nm处也有吸收,莠去津在220.8 nm处有较大吸收,在200.0~250.0 nm有吸收。考虑溶剂、助剂对吸收的影响以及样品中三组分的峰高、峰面积尽量接近,最终选定以245 nm为检测波长(见图2)。

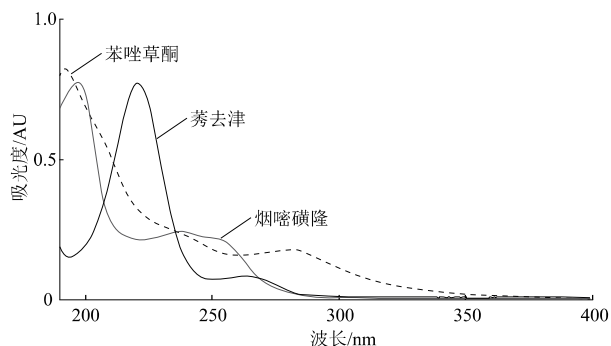


图2 紫外扫描图

色谱柱选择常规反相柱ZORBAX Eclipse Plus C_8 。根据苯唑草酮、烟嘧磺隆、莠去津理化性质,以乙腈作为溶剂溶解样品,并选择乙腈+磷酸水溶液为流动相。为得到更好的分离效果和峰形,将流动相按不同比例在色谱柱上进行选择比较试验。当流速控制在1.0 mL/min(乙腈与0.05%磷酸水溶液体积比为45:55)时,有效成分与杂质能很好分离,且峰形对称,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标样溶液,在1.2色谱条件下进样,每个质量浓度重复进样2次,求其峰面积平均值。以质量浓度为横坐标,峰面积值为纵坐标,绘制标准曲线。苯唑草酮线性方程为 $y=9.2956x-10.4719$,相关系数(R^2)为0.9996;烟嘧磺隆线性方程为 $y=12.0786x+2.5057$,相关系数(R^2)为0.9992;莠去津线性方程为 $y=5.7499x+17.5033$,相关系数(R^2)为0.9995。方法线性关系良好,各有效成分线性关系图见图3~图5。

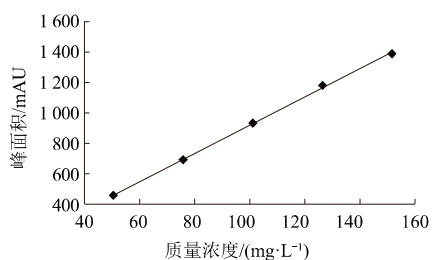


图3 苯唑草酮线性关系图

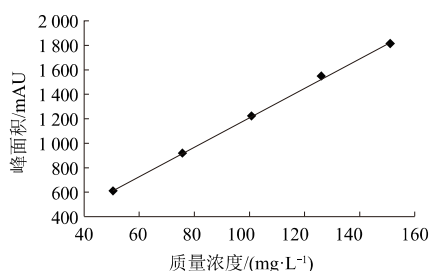


图4 烟嘧磺隆线性关系图

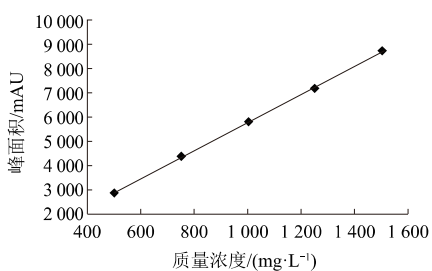


图5 莠去津线性关系图

2.3 分析方法的精密度试验

选取有代表性的24%苯唑草酮·烟嘧磺隆·莠去津OD试样,在上述色谱操作条件下平行测定5次。苯唑草酮、烟嘧磺隆和莠去津的标准偏差分别为0.055、0.063、0.210,变异系数分别为2.59%、2.99%、1.03%,结果见表1。

2.4 分析方法的准确度试验

采用标准添加法,在已知质量分数的试样中加入一定量的苯唑草酮、烟嘧磺隆、莠去津标样,再按

上述色谱操作条件进行分析。苯唑草酮的平均回收率为99.41%,烟嘧磺隆的平均回收率为99.54%,莠去津的平均回收率为99.23%,结果见表2。

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			
苯唑草酮	2.18	2.06	2.07	2.12	2.17	2.12	0.055	2.59
烟嘧磺隆	2.15	2.03	2.19	2.11	2.07	2.11	0.063	2.99
莠去津	20.46	20.31	20.08	20.23	20.62	20.34	0.210	1.03

表2 分析方法的准确度测定结果

有效成分	理论值/mg	测定值/mg	回收率/%	平均回收率/%
苯唑草酮	5.08	5.03	99.02	99.41
	5.11	5.01	98.04	
	5.02	5.11	101.79	
	4.95	4.88	98.59	
	5.13	5.11	99.61	
烟嘧磺隆	5.06	5.03	99.41	99.54
	5.13	5.18	100.97	
	5.02	5.01	99.80	
	5.23	5.15	98.47	
	5.18	5.13	99.03	
莠去津	50.22	50.01	99.58	99.23
	50.71	50.33	99.25	
	50.56	49.73	98.36	
	50.14	49.49	98.70	
	50.08	50.21	100.26	

3 结论

本文提出的24%苯唑草酮·烟嘧磺隆·莠去津可分散油悬浮剂的分析方法,同时适用于各有效成分原药及制剂的分析。试验结果表明,苯唑草酮、烟嘧磺隆、莠去津在测试浓度范围内线性关系良好。方法准确度和精密度较高,具有操作简便、快速、准确、可靠及分离效果好的优点,是产品质量控制和应用研究较为理想的分析方法。

参考文献

- [1] Tomlin C D S. The e-Pesticide Manual [DB/CD]. 16th ed. Brighton: British Crop Production Council, 2011.
- [2] 邓红霞,钱跃言,陈亚萍. 新型除草剂苯唑草酮研究进展 [J]. 浙江化工, 2012, 43 (11): 1-3.
- [3] 徐妍,王金芳,王佳,等. 20%硝·烟·辛酰溴可分散油悬浮剂液相色谱分析 [J]. 现代农药, 2017, 16 (3): 27-29.
- [4] 巢果,吴春先,高立明,等. 莠去津的生态毒理学及其环境行为学研究进展 [J]. 现代农药, 2007, 6 (4): 32-37; 54.
- [5] 姜宜飞,薄瑞,于荣. 苯唑草酮原药高效液相色谱分析方法研究 [J]. 农药科学与管理, 2012, 33 (1): 39-41.
- [6] 季海东,陆雪芳,朱蓓蓓,等. 莠去津分析方法的研究 [J]. 农药科学与管理, 2012, 33 (5): 44-46. (责任编辑:顾林玲)