

◆ 农药分析 ◆

# 高效液相色谱法测定10%五氟磺草胺·噁嗪草酮可分散油悬浮剂

张秀兰

(江苏省农用激素工程技术研究中心有限公司, 江苏常州 213022)

**摘要:** 建立了高效液相色谱法测定10%五氟磺草胺·噁嗪草酮可分散油悬浮剂中有效成分质量分数。以乙腈+水为流动相,使用ZORBAX SB-C<sub>18</sub>色谱柱,在260 nm波长下,对五氟磺草胺和噁嗪草酮进行定量分析。结果表明,五氟磺草胺和噁嗪草酮线性相关系数分别为0.999 99和0.999 98,相对标准偏差分别为0.690%和0.997%,平均回收率分别为99.51%和99.56%。

**关键词:** 五氟磺草胺;噁嗪草酮;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.1671-5284.2018.03.009

## Determination of Penoxsulam + Oxaziclonofone 10% OD by HPLC

ZHANG Xiu-lan

(Jiangsu Agrochem Laboratory Co., Ltd., Jiangsu Changzhou 213022, China)

**Abstract:** A method for determination of penoxsulam + oxaziclonofone 10% OD was developed by HPLC, using acetonitrile aqueous solution as mobile phase, on ZORBAX SB-C<sub>18</sub> column, with the wavelength of 260 nm. The results indicated that the correlation coefficients of penoxsulam and oxaziclonofone were 0.999 99 and 0.999 98, the relative standard deviations were 0.690% and 0.997%, the average recoveries were 99.51% and 99.56%, respectively.

**Key words:** penoxsulam; oxaziclonofone; HPLC; analysis

五氟磺草胺(penoxsulam)为三唑并嘧啶磺酰胺类除草剂,通过抑制支链氨基酸的合成而致杂草死亡。其适用于水稻,可有效防除稗草(包括对敌稗、二氯喹啉酸具有抗性及抗乙酰辅酶A羧化酶抑制剂的稗草)、阔叶杂草以及一年生莎草科杂草<sup>[1]</sup>。噁嗪草酮(oxaziclonofone)属于噁嗪酮类除草剂,具有内吸传导性。其有效防除稗草、莎草和一些阔叶杂草,对稗草高效,且持效期长<sup>[2]</sup>。五氟磺草胺和噁嗪草酮复配,能够延缓药剂抗性发展,且能有效防除稗草、千金子、鸭舌草、异型莎草等杂草<sup>[3]</sup>。

五氟磺草胺和噁嗪草酮原药和单剂的分析方法主要有液相色谱法,但二者复配剂的分析方法尚未见相关报道<sup>[4]</sup>。本文采用高效液相色谱法,对复配剂中的五氟磺草胺和噁嗪草酮2种有效成分进行同时测定。

## 1 试验部分

### 1.1 仪器与试剂

Agilent 1200高效液相色谱仪;ZORBAX SB-C<sub>18</sub>不锈钢色谱柱(250 mm × 4.6 mm),粒径5.0 μm(安捷伦公司);Millipore超纯水机;超声波清洗器。

五氟磺草胺标样(≥98.1%);噁嗪草酮标样(≥98.15%);甲醇、乙腈均为色谱纯试剂;实验用水为2次蒸馏水,电导率(25℃)≤0.1 mS/m;10%五氟磺草胺·噁嗪草酮可分散油悬浮剂(3%五氟磺草胺+7%噁嗪草酮);江苏省农用激素工程技术研究中心有限公司。

### 1.2 液相色谱操作条件

流动相A:乙腈;流动相B:0.05%磷酸水溶液;流速1.0 mL/min;柱温25℃;检测波长260 nm。

收稿日期:2018-01-06;修回日期:2018-02-25

作者简介:张秀兰(1972—),女,湖南省怀化市人,工程师,主要从事农药分析工作。E-mail:429259196@qq.com

采用梯度洗脱。洗脱条件:0~6 min,流动相A与流动相B体积比为60:40;6~8 min,流动相自动变化;8 min时流动相A与流动相B体积比为80:20;8~25 min,流动相A与流动相B体积比保持80:20。在此条件下,五氟磺草胺保留时间约为4.7 min,嘧啶草酮保留时间约为13.8 min。10%五氟磺草胺·嘧啶草酮可分散油悬浮剂液相色谱图见图1。

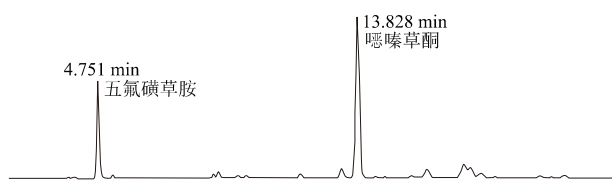


图1 10%五氟磺草胺·嘧啶草酮可分散油悬浮剂液相色谱图

### 1.3 测定步骤

#### 1.3.1 标样溶液的配制

称取五氟磺草胺标样0.012 g、嘧啶草酮标样0.028 g(准确至0.000 2 g),置于50 mL容量瓶中,用乙腈+甲醇溶液(体积比50:50)定容至刻度,摇匀备用。

#### 1.3.2 试样溶液的配制

称取试样0.4 g(准确至0.000 2 g),置于50 mL容量瓶中,用乙腈+甲醇溶液(体积比50:50)定容至刻度,离心备用。

#### 1.3.3 测定方法

在上述色谱操作条件下,待仪器基线稳定后,连续注入数针标样溶液。待相邻2针的相对响应值变化小于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。

#### 1.3.4 计算方法

将测得的2针试样溶液以及试样前后2针标样溶液中五氟磺草胺、嘧啶草酮峰面积分别进行平均。五氟磺草胺、嘧啶草酮质量分数 $w(\%)$ 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,五氟磺草胺、嘧啶草酮峰面积的平均值; $A_2$ —试样溶液中,五氟磺草胺、嘧啶草酮峰面积的平均值; $m_1$ —五氟磺草胺、嘧啶草酮标样的质量/g; $m_2$ —试样的质量/g; $P$ —五氟磺草胺、嘧啶草酮标样的质量分数/%。

## 2 结果与讨论

### 2.1 流动相的选择

对于反相高效液相色谱分析,首选流动相体系为甲醇+水或乙腈+水。试验考察2种溶剂体系作流动相对五氟磺草胺和嘧啶草酮分离的影响。当以

乙腈+水体系为流动相时,五氟磺草胺和嘧啶草酮能得到很好的分离,且色谱峰峰形较好。此外,以乙腈+水为流动相时,系统压力低于以甲醇+水为流动相,有助于保护色谱柱和仪器系统。

### 2.2 紫外吸收波长的选择

分别对五氟磺草胺和嘧啶草酮进行紫外吸收光谱扫描,得到二者的紫外吸收光谱图(见图2)。

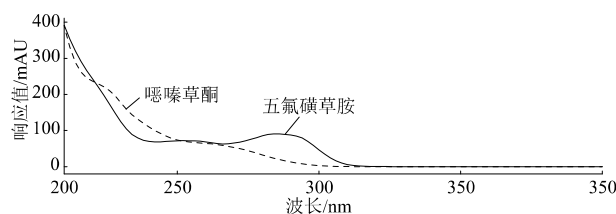


图2 紫外吸收光谱图

从图中可以看出,在波长为260 nm时,二者均得到适宜的吸收。因此,选择波长260 nm为分析波长。

### 2.3 分析方法的线性关系

配制五氟磺草胺系列标样溶液,质量浓度分别为120、240、362、484、605 mg/L;配制嘧啶草酮系列标样溶液,质量浓度分别为400.4、600.4、800.8、1 012.8、1 201.2 mg/L。以五氟磺草胺(或嘧啶草酮)质量浓度为横坐标,峰面积为纵坐标,绘制标准曲线。质量浓度为120~605 mg/L时,五氟磺草胺线性方程为 $y=2.704 91 x+0.284 81$ , $R^2$ 为0.999 99;质量浓度为400.4~1 201.2 mg/L时,嘧啶草酮线性方程为 $y=2.724 06 x+1.486 26$ , $R^2$ 为0.999 98。

### 2.4 分析方法的精密度试验

对10%五氟磺草胺·嘧啶草酮可分散油悬浮剂中五氟磺草胺和嘧啶草酮质量分数平行测定6次,试验结果见表1。结果表明,该方法具有较高的精密度。

表1 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/%
五氟磺草胺	3.10	3.10	0.021 4	0.690
	3.11			
	3.06			
	3.11			
	3.09			
	3.12			
嘧啶草酮	7.00	7.08	0.070 6	0.997
	7.11			
	7.17			
	7.15			
	7.02			
	7.03			

(下转第48页)

药后 10 d 4 种生物农药防效均呈现上升趋势。60 g/L 乙基多杀菌素 SC 防效为 93.77% ,表现出较好的持效性 ,且防效显著优于其它 3 种生物农药 ;其次为 200 亿 PIB/g 斜纹夜蛾核型多角体病毒 WG ,防效为 84.87% ;1% 印楝素 WG、100 亿孢子/mL 短稳杆菌 SC 防效分别为 81.27%、79.17%。6 种化学农药中 ,240 g/L 虫螨腈 SC 的防效最高 ,达到 98.17% ,其次是 24% 甲氧虫酰肼 SC ,防效为 94.88%。5% 氯虫苯甲酰胺 SC、30% 茚虫威 WG、10% 溴氰虫酰胺 OD 对斜纹夜蛾的防效分别为 92.48%、92.28%、91.59% ,均在 90% 以上 ,同样具有较好的持效性。5.7% 甲氨基阿维菌素苯甲酸盐 ME 的防效为 82.76%。方差分析表明 ,甲氨基阿维菌素苯甲酸盐与其它化学药剂间存在显著性差异 ,5.7% 甲氨基阿维菌素苯甲酸盐 ME 对斜纹夜蛾的持效性明显低于上述其它化学药剂。

## 2.2 安全性

药后观察 ,各药剂处理区大豆均未出现药害 ,各药剂在试验剂量下对大豆均安全。

## 3 小结与讨论

为推进化学农药减量使用工作 ,防治大豆田斜纹夜蛾时 ,可优先选用生物农药。本试验结果表明 ,

生物农药 60 g/L 乙基多杀菌素 SC 的速效性和持效性均较好 ,用药适期为斜纹夜蛾低龄幼虫发生盛期。1% 印楝素 WG、100 亿孢子/mL 短稳杆菌 SC、200 亿 PIB/g 斜纹夜蛾核型多角体病毒 WG 用药时间可提前至斜纹夜蛾卵孵盛期 ,以提高防治效果。

化学农药与生物农药交替使用 ,可有效减缓斜纹夜蛾抗药性的产生。本试验研究结果表明 ,化学农药 240 g/L 虫螨腈 SC、30% 茚虫威 WG、24% 甲氧虫酰肼 SC、10% 溴氰虫酰胺 OD、5% 氯虫苯甲酰胺 SC 等对斜纹夜蛾均表现出较好的防治效果 ,用药适期在斜纹夜蛾低龄幼虫盛期。甲氨基阿维菌素苯甲酸盐是张家港市 2011 年实施“农药零差价配送”以来防治蔬菜夜蛾类害虫的主推农药品种 ,可能由于其在本地区使用较为频繁 ,防效相对下降 ,建议在防治大豆斜纹夜蛾时谨慎使用。

### 参考文献

- [1] 刁春友,朱叶芹.农作物主要病虫害预测预报与防治 [M].南京:江苏科学技术出版社,2006:231.
- [2] 中华人民共和国农业部.GB/T 17980.13—2004 农药田间药效试验准则(一)第13部分:杀虫剂防治十字花科蔬菜的鳞翅目幼虫[S].北京:中国标准出版社,2004. (责任编辑:顾林玲)

(上接第 37 页)

## 2.5 分析方法的准确度试验

在已知含量的样品中 ,准确加入不同质量的五氟磺草胺和噁嗪草酮标样 ,进行 6 次测定 ,计算回收率 ,结果见表 2。由表 2 可以看出 ,五氟磺草胺的平均回收率为 99.51% ,噁嗪草酮的平均回收率为 99.56%。该测定方法具有较高的准确度。

表 2 方法准确度试验结果

有效成分	理论值/ mg	实测值/ mg	回收率/ %	平均回收率/ %
五氟磺草胺	8.09	8.06	99.63	99.51
	8.08	8.03	99.38	
	8.09	8.05	99.51	
	15.94	15.87	99.56	
	15.94	15.84	99.37	
	15.95	15.89	99.62	
噁嗪草酮	24.09	24.00	99.63	99.56
	24.05	23.93	99.50	
	24.08	23.98	99.58	
	43.65	43.50	99.66	
	43.60	43.40	99.54	
	43.61	43.38	99.47	

## 3 结论

本文建立了高效液相色谱法测定 10% 五氟磺草胺·噁嗪草酮可分散油悬浮剂中有效成分质量分数。该方法操作快速、简便 ,且具有较高的准确度和精密度。方法适用于五氟磺草胺和噁嗪草酮复配制剂的分析检测。

### 参考文献

- [1] 顾林玲.三唑并嘧啶磺酰胺类除草剂——五氟磺草胺[J].现代农药,2015,14(2):46-51.
- [2] 程志明.除草剂噁嗪草酮的开发[J].世界农药,2004,26(1):5-10.
- [3] 张伟星,刘清,徐建伟,等.噁嗪草酮与五氟磺草胺或双草醚混用对水稻机插秧田杂草的防效及水稻的安全性[J].杂草学报,2016,34(3):39-44.
- [4] 刘敬民,李万芳,许霞,等.25 g/L 五氟磺草胺可分散油悬浮剂的高效液相色谱测定方法[J].现代农药,2015,14(2):40-41;51.

(责任编辑:顾林玲)