

◆ 农药分析 ◆

## 5%唑啉·炔草酯乳油高效液相色谱分析

俞霖洁,冯宇杰,庞银娟,吴航俊,吴伟东

(浙江省化工研究院有限公司 杭州 310023)

**摘要:**采用高效液相色谱法,以甲醇+水为流动相进行梯度洗脱,柱温为35℃,经C<sub>18</sub>色谱柱分离,在230 nm波长下对5%唑啉·炔草酯乳油中的有效成分进行分离和定量分析。结果表明,唑啉草酯和炔草酯的线性相关系数分别为0.999 8和0.999 1,变异系数分别为1.20%和1.42%,平均回收率分别为99.70%和98.51%。

**关键词:**唑啉草酯;炔草酯;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.1671-5284.2019.01.005

### Analysis of Pinoxaden + Clodinafop-propargyl 5% EC by HPLC

Yu Lin-jie, Feng Yu-jie, Pang Yin-juan, Wu Hang-jun, Wu Wei-dong

(Zhejiang Chemical Industry Research Institute Co., Ltd., Hangzhou 310023, China)

**Abstract:** A method was established for determination of pinoxaden + clodinafop-propargyl 5% EC by HPLC on C<sub>18</sub> column with UV at 230 nm. Gradient elution was applied with mobile phase methanol + water solvent at 35℃. The results showed that the linear correlation coefficients of pinoxaden and clodinafop-propargyl were 0.999 8 and 0.999 1, the variation coefficients were 1.20% and 1.42%, the average recoveries were 99.70% and 98.51%, respectively.

**Key words:** pinoxaden; clodinafop-propargyl; HPLC; analysis

唑啉草酯(pinoxaden)是由瑞士先正达公司发现、开发和生产的新苯基吡唑啉类除草剂,具有内吸传导性。其为乙酰辅酶A羧化酶(ACCCase)抑制剂,通过阻碍脂肪酸的合成,破坏细胞膜的含酯结构,从而导致杂草生长停止,最终死亡。唑啉草酯主要用于一年生禾本科杂草的防除<sup>[1-4]</sup>。炔草酯(clodinafop-propargyl)是汽巴·嘉基(现先正达)公司开发的具光学活性的含氟芳氧苯氧丙酸酯类除草剂,主要用于防除野燕麦、看麦娘、燕麦、黑麦草、普通早熟禾、狗尾草等<sup>[5-6]</sup>。目前唑啉草酯单剂的主要检测方法有高效液相色谱法,炔草酯单剂的主要检测方法有高效液相色谱法和气相色谱法,但两者复配制剂的分析方法尚未见报道。本文通过确定紫外检测器检测波长、流动相溶液配比和流速,建立了唑啉草酯和炔草酯同柱分离测定的高效液相色谱分析方法。该方法操作简便,分离效果好,准确度和精密程度均能达到定量分析的要求,适用于该产品的分析

测定。

### 1 实验部分

#### 1.1 仪器与试剂

Agilent 1260高效液相色谱仪,具可调波长紫外检测器和自动进样器、色谱处理工作站;色谱柱:Acclaim™ 120 C<sub>18</sub>不锈钢柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm),孔径120Å;甲醇(色谱纯),临海市浙东特种试剂有限公司;唑啉草酯标样(99.0%)、炔草酯标样(98.9%),国家农药产品质量监督检验中心(定值);2次蒸馏水;5%唑啉·炔草酯乳油(2.5%唑啉草酯+2.5%炔草酯)。

#### 1.2 溶液配制

标样溶液:准确称取25 mg唑啉草酯标样和25 mg炔草酯标样,置于50 mL容量瓶中,用甲醇溶解并定容,充分摇匀,配制成唑啉草酯和炔草酯混合标样溶液。

收稿日期:2018-07-11

作者简介:俞霖洁(1987—),女,浙江省永康市人,工程师,主要从事农药及其他化工产品的分析工作。E-mail: yulinjie@sinochem.com

样品溶液 称取5%唑啉·炔草酯乳油样品约1.0 g,置于50 mL容量瓶中,用甲醇溶解并定容,充分摇匀,经0.45 μm微孔滤膜过滤后待测。

### 1.3 色谱条件

色谱柱:Acclaim™ 120 C<sub>18</sub>不锈钢柱(250 mm × 4.6 mm),孔径120 Å,粒径5 μm,进样量 5 μL,流速:1.0 mL/min,柱温 35°C,检测波长 230 nm。流动相梯度洗脱程序见表1。

表1 流动相梯度洗脱程序

时间/min	体积分数/%	
	甲醇	水
0~55.0	62	38
55.1~65.0	95	5
65.1~70.0	62	38

### 1.4 测定步骤

在1.3色谱条件下,待仪器基线稳定后连续注入数针标样溶液,当相邻2针的峰面积变化小于1.5%时,按标样溶液、样品溶液、样品溶液、标样溶液的顺序进行测定。

将测得的样品溶液以及标样溶液中唑啉草酯(或炔草酯)的峰面积分别进行平均。试样中唑啉草酯(或炔草酯)的质量分数 $w(\%)$ 按下式计算。

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

式中: $A_1$ 为标样溶液中唑啉草酯(或炔草酯)峰面积的平均值; $A_2$ 为样品溶液中唑啉草酯(或炔草酯)峰面积的平均值; $m_1$ 为标样的质量,g; $m_2$ 为样品的质量,g; $P$ 为标样中唑啉草酯(或炔草酯)的质量分数,%。

## 2 结果与讨论

### 2.1 检测波长的选择

采用紫外分光光度仪对1.2中配制的标样溶液进行光谱扫描,获得唑啉草酯和炔草酯的紫外吸收光谱图(见图1)。

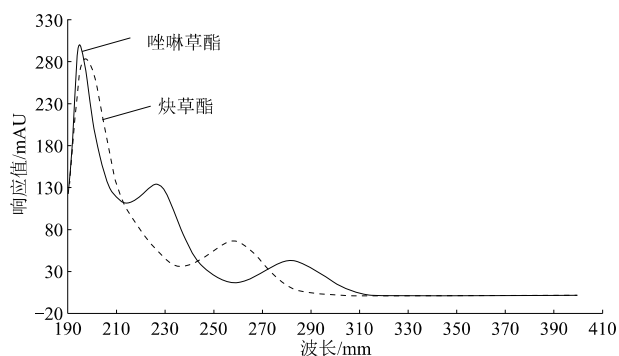


图1 唑啉草酯和炔草酯紫外吸收光谱图

从图1可知,唑啉草酯在195 nm、230 nm和280 nm波长处均有较大吸收,炔草酯在198 nm和260 nm波长处有较大吸收。经过实验比对,选择230 nm作为检测波长。在此波长下,唑啉草酯和炔草酯峰形良好,吸收比例适当,无杂质影响。

### 2.2 流动相的选择

分别使用不同比例的甲醇+水为流动相对样品进行检测分析。由于乳油样品中添加成分及杂质较多,当流动相中甲醇体积占比较低时,杂质出峰慢,使得样品检测时间过长,且未出峰的杂质对目标物出峰时间有影响,目标物出峰时间出现偏差;当流动相中甲醇体积占比较高时,样品中的杂质难以和目标峰有效分离。经多次实验,确定流动相采用梯度洗脱程序。先以体积比为62:38的甲醇+水为流动相,出峰快的杂质和目标物有效分离,然后以体积比为95:5的甲醇+水为流动相,样品中的杂质快速出峰,最后将流动相转换回体积比为62:38的甲醇+水,稳定5 min。在此条件下,两组分及杂质均能得到很好的分离,峰形尖锐、对称,基线平稳。唑啉草酯保留时间约为29.6 min,炔草酯保留时间约为37.7 min。标样及样品色谱图分别见图2、图3。

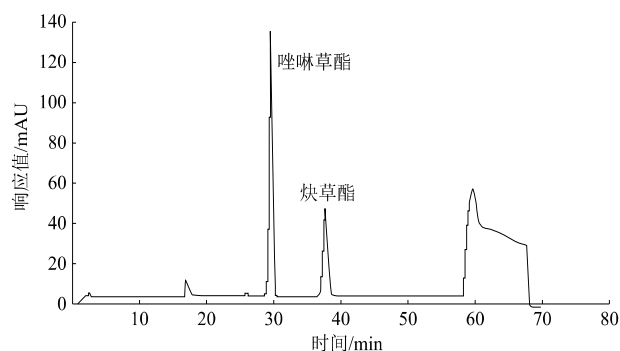


图2 唑啉草酯和炔草酯标样溶液液相色谱图

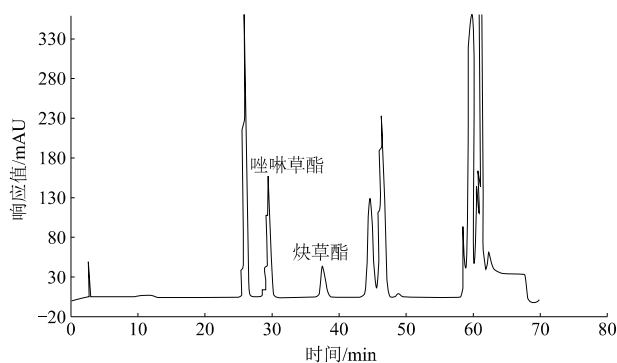


图3 5%唑啉·炔草酯乳油液相色谱图

### 2.3 线性关系曲线

在上述液相色谱操作条件下,分别注入1 μL、3

$\mu\text{L}$ 、5  $\mu\text{L}$ 、7  $\mu\text{L}$ 、8  $\mu\text{L}$  唑啉草酯、炔草酯混合标样溶液,以标样溶液进样体积为横坐标,唑啉草酯(或炔草酯)峰面积为纵坐标,绘制标准曲线(见图4)。唑啉草酯线性回归方程为 $y=1\ 233\ x-138.48$ , $R^2=0.999\ 8$ ;炔草酯线性回归方程为 $y=590.57\ x-127.72$ , $R^2=0.999\ 1$ 。结果表明,该方法在测定范围内线性关系良好。

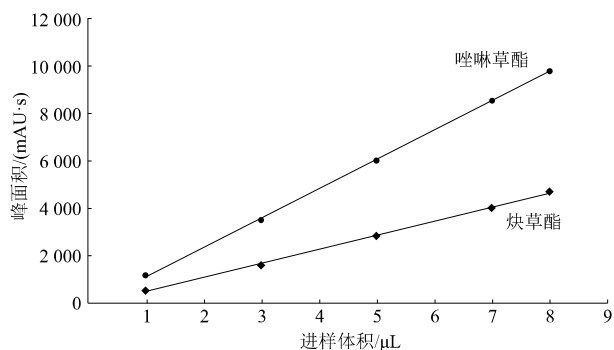


图4 唑啉草酯和炔草酯线性关系图

## 2.4 准确度实验

称取5批次5%唑啉·炔草酯乳油样品,分别准确加入一定量的标样,根据称取样品量和加入标样量计算出唑啉草酯和炔草酯的理论含量。按照1.3色谱条件进样分析,得到唑啉草酯和炔草酯的实测值。

表3 方法精密度测定结果

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	2.53	2.59	2.54	2.56	2.51	2.55	0.03	1.20
炔草酯	2.61	2.54	2.59	2.52	2.56	2.56	0.04	1.42

## 3 结论

本文建立了高效液相色谱法测定5%唑啉·炔草酯乳油中有效成分质量分数。该方法能将目标物和杂质有效分离,具有操作简单快速,定量准确,重复性好,线性关系良好等特点,能满足产品定量分析要求。

### 参考文献

[1] 柏亚罗,顾林玲.唑啉草酯及其应用与开发进展[J].现代农药,

唑啉草酯回收率为98.87%~101.56%,平均回收率为99.70%;炔草酯回收率为98.09%~99.16%,平均回收率为98.51%。检测方法满足定量分析要求,结果见表2。

表2 方法准确度测定结果

有效成分	理论值/mg	实测值/mg	回收率/%	平均回收率/%
唑啉草酯	25.21	25.01	99.21	99.70
	25.07	25.46	101.56	
	26.06	25.99	99.73	
	25.28	25.06	99.13	
	25.68	25.39	98.87	
炔草酯	26.83	26.44	98.55	98.51
	26.23	26.01	99.16	
	27.11	26.64	98.27	
	26.69	26.18	98.09	
	27.56	27.14	98.48	
	27.11	26.64	98.27	

## 2.5 精密度实验

按1.3色谱条件,对同一5%唑啉·炔草酯乳油样品平行测定5次,分别获得唑啉草酯和炔草酯的标准偏差和变异系数,结果见表3。

2017, 16 (3): 40-44.

- [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] 叶萱.新颖除草剂——唑啉草酯[J].世界农药,2014,36(1):60-61.
- [4] 万琴.除草剂唑啉草酯的合成研究[J].现代农药,2015,14(2):25-27.
- [5] 雷强,胡琴.炔草酯原药气相色谱分析方法研究[J].农药科学与管理,2012,33(7):38-40.
- [6] 王述刚,蒋剑华,陈新春,等.炔草酯的合成工艺研究[J].现代农药,2016,15(4):22-24.

(责任编辑:顾林玲)

欢迎订阅《现代农药》(双月刊) 定价:120元/年

欢迎订阅 欢迎投稿 欢迎广告惠顾

编辑部电话:025-86581148 传真:025-86581147 联系人:柏亚罗 顾林玲 靳红华