

◆ 加工与分析 ◆

30%甲酰胺基嘧磺隆水分散粒剂 高效液相色谱分析方法

朱峰¹, 吴琼², 廖国会¹, 陈湘燕¹, 秦立新¹, 于宁波¹, 陈明贵¹, 陈才俊^{1*}

(1. 贵州省农业科学院植物保护研究所, 贵阳 550009 2. 贵州省农药检定管理所, 贵阳 550001)

摘要:采用高效液相色谱仪分析30%甲酰胺基嘧磺隆水分散粒剂的质量分数,使用C₁₈不锈钢反相色谱柱和紫外可变波长检测器,以甲醇+磷酸溶液为流动相,用外标法对有效成分进行定性、定量分析。甲酰胺基嘧磺隆线性相关系数为0.999 9;标准偏差为0.36;变异系数为1.09%、0.81%;平均回收率为102.11%。结果表明,此检测方法灵敏、快速,适用于30%甲酰胺基嘧磺隆水分散粒剂的含量检测。
关键词:甲酰胺基嘧磺隆;高效液相色谱;分析方法

中图分类号:S 482.4 文献标志码:A doi:10.3969/j.issn.1671-5284.2021.02.007

Study on Analytical Method of Foramsulfuron 30% WG by HPLC

ZHU Feng¹, WU Qiong², LIAO Guohui¹, CHEN Xiangyan¹, QIN Lixin¹, YU Ningbo¹, CHEN Minggui¹, CHEN Caijun^{1*}

(1. Institute of Plant Protection, Guizhou Academy of Agricultural Sciences, Guiyang 550009, China; 2. Guizhou Plant Protection and Inspection Station, Guiyang 550001, China)

Abstract: A method for separation and quantitative analysis of foramsulfuron 30% WG by HPLC with methanol and H₃PO₄ solution as mobile phase, Agilent TC-C₁₈ column and UV Vis wavelength detector was described. The result showed that the linear correlation coefficient was 0.999 9, the standard deviation was 0.36, the variation coefficient was 1.09%, and the average recovery was 102.11%. The results showed that the developed method was sensitive, rapid and suitable for the content determination of 30% foramsulfuron water dispersible granules.

Key words: foramsulfuron; HPLC; analytical method

甲酰胺基嘧磺隆通用名称为 foramsulfuron, 化学名称为1-(4,6-二甲氧基嘧啶-2基)-3-[2-(二甲基氨基甲酰基)-5-甲酰胺基苯基磺酰基]脲,由拜耳公司于2002年开发的磺酰脲类除草剂^[1],主要用于玉米等谷物杂草防除,对一年生或多年生禾本科和阔叶杂草的防治效果显著^[2-3]。甲酰胺基嘧磺隆登记的产品总共有2个,其中包括1个可分散油悬浮剂及1个原药,当前没有公开发表的分析方法。新研发的30%甲酰胺基嘧磺隆水分散粒剂也没有相应的分析方法。此外,目前尚无相应的国家标准或行业标准,各地药检机构不能进行有效的监管,检测机构没有相应的方法来进行检测。因此,开展甲酰胺基嘧磺隆

农药产品中分析方法的研究,可为标准的制定提供数据参考。

当前,有文献报道了采用高效液相色谱-质谱联用的方法对甲酰胺基嘧磺隆的残留进行分析^[4],尚无甲酰胺基嘧磺隆产品中有效成分分析方法的报道。高效液相色谱法广泛用于农药产品质量的检测分析,具有良好的分离和定量效果^[5]。因此,本文采用高效液相色谱法对甲酰胺基嘧磺隆水分散粒剂的含量进行分析,所建立的分析方法具有较好的分离效果,同时具有较好的准确度和精密度,能够满足甲酰胺基嘧磺隆定量分析的要求,可为甲酰胺基嘧磺隆水分散粒剂质量控制和该产品分析方法

收稿日期:2020-07-17

基金项目:贵州省科技支撑计划(黔科合支撑[2017]2582)

作者简介:朱峰(1986—)男,贵州织金人,博士,副研究员,主要从事农药风险安全研究及高效靶标技术研究。E-mail:gzbszf@163.com

通信作者:陈才俊(1970—)男,贵州安龙人,博士,研究员,主要从事农药天然产物化学研究。E-mail:chencj1123@126.com

标准的建立提供参考。

1 材料与方法

1.1 仪器设备

Agilent HPLC 1260高效液相色谱仪(可变波长检测器),安捷伦科技(中国)有限公司;AS5150A超声波清洗器,天津奥特赛恩斯仪器有限公司;XSR105十万分之一电子天平,梅特勒-托利多国际贸易(上海)有限公司;0.45 μm滤膜。

1.2 试剂

甲醇(色谱纯),超纯水,磷酸(分析纯),磷酸溶液:ψ(磷酸:水)=5:1000;甲酰胺基嘧磺隆标样:已知质量分数 $\omega \geq 98.0\%$;甲酰胺基嘧磺隆水分散剂。以上试剂均由国家农药质量监督检验中心提供。

1.3 色谱操作条件

色谱柱:250 mm × 4.6 mm(i.d.)不锈钢柱,内装Agilent 5 TC C₁₈,5 μm填充物(或具有同等效果的色谱柱);流动相:ψ(甲醇:磷酸溶液)=50:50,经滤膜过滤,并进行脱气;柱温:30°C(±2°C);检测波长:232 nm;流速:1.0 mL/min;进样体积:5 μL。

在上述色谱操作条件下,甲酰胺基嘧磺隆保留时间约13.0 min(图1、2)。

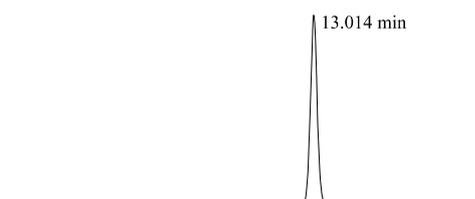


图1 甲酰胺基嘧磺隆标准品高效液相色谱图

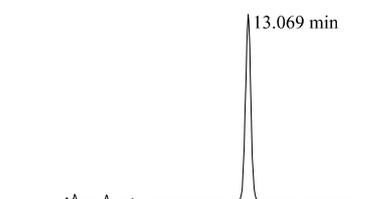


图2 甲酰胺基嘧磺隆水分散剂高效液相色谱图

1.4 溶液配制

1.4.1 标准品溶液的配制

称取0.02 g(精确至0.000 01 g)甲酰胺基嘧磺隆标准品于100 mL容量瓶中,加入20 mL甲醇,超声波振荡5 min,冷却至室温,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

1.4.2 试样溶液的配制

称取含0.02 g(精确至0.000 01 g)甲酰胺基嘧磺隆的试样于100 mL容量瓶中,加入20 mL甲醇,超声波振荡5 min,冷却至室温,用甲醇稀释定容至刻度。

摇匀,过膜。

1.5 测定方法

等待仪器稳定之后,在所建立的色谱分析条件下,待相邻2针样品的峰面积变化小于1.2%后,按照标准品、样品、标准品、样品的顺序进样检测。

1.6 计算方法

将测得的2针试样溶液以及试样前后2针标样溶液中甲酰胺基嘧磺隆峰面积分别进行平均。试样中甲酰胺基嘧磺隆的质量分数按公式(1)计算。

$$\omega = \frac{A_2 m_1 P}{A_1 m_2} \quad (1)$$

式中: A_1 为甲酰胺基嘧磺隆标准品峰面积的平均值, $\text{mAU} \cdot \text{s}$; A_2 为试样溶液中甲酰胺基嘧磺隆峰面积的平均值, $\text{mAU} \cdot \text{s}$; m_1 为甲酰胺基嘧磺隆标准品的质量,g; m_2 为甲酰胺基嘧磺隆水分散剂质量,g; P 为试样中甲酰胺基嘧磺隆的质量分数,%; ω 为甲酰胺基嘧磺隆标准品质量分数,%。

2 结果与分析

2.1 试验条件的选择

甲酰胺基嘧磺隆的紫外光谱图如图3所示,从图中可以看到甲酰胺基嘧磺隆在波长约210~260 nm都有较好的吸收,在波长232 nm处灵敏度较高,杂质干扰较少,能够满足分析的要求,故将检测波长确定为232 nm。

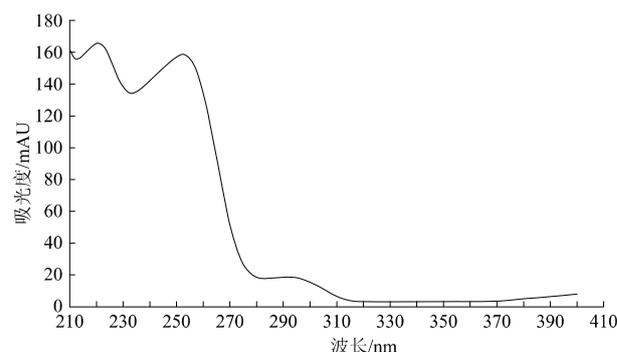


图3 甲酰胺基嘧磺隆的紫外吸收光谱图

方法选择常用的C₁₈反相色谱柱,选择甲醇作为溶剂,并以甲醇和磷酸溶液(甲醇:磷酸溶液=1000:5)作为流动相,所得的分离效果和峰形较好。将流动相按不同比例在色谱柱上进行试验,随着甲醇比例的增加,保留时间减小,当甲醇与磷酸溶液比例达到50:50时,杂质分离效果比较好,最终选择ψ(甲醇:磷酸溶液)=50:50作为流动相,流速1.0 mL/min。该条件下,甲酰胺基嘧磺隆色谱峰峰形较好,与杂质能完全分离,具有良好的精密度和

准确度,并且分析时间较短,提高了工作效率。

2.2 线性关系试验

按1.4.1标样溶液的制备方法,称取0.05 g(精确至0.000 1g)标准品,用甲醇溶解定容50 mL作为母液,将甲醇稀释配制5个不同浓度的有效成分线性相关溶液,分别标记为STD1至STD5。在上述操作条件下,待仪器稳定后,按照STD1至STD5的顺序测定每个溶液中甲酰胺基嘧磺隆的峰面积,取2次测定的平均结果。以甲酰胺基嘧磺隆质量浓度和峰面积结果分别为横坐标和纵坐标绘制标准曲线,结果见表1、图4。

由表1和图4可见,当甲酰胺基嘧磺隆质量浓度在51.2~614.6 mg/L(进样体积为5 μ L),与相应的甲酰胺基嘧磺隆峰面积之间呈现良好的线性关系,计算得回归方程为 $y=14.688x+7.5869$, $r=0.9999$,完全可以满足定量分析要求。本方法中,甲酰胺基嘧磺隆标样质量浓度为204.9 mg/L(进样体积为5 μ L)。

表1 甲酰胺基嘧磺隆线性范围的测定

编号	质量浓度/ (mg·L ⁻¹)	峰面积		峰面积 平均值	相关 系数
		1	2		
STD1	51.2	773.8	772.3	773.1	0.9999
STD2	102.4	1528.7	1519.6	1524.2	
STD3	204.9	3018.7	3012.8	3015.8	
STD4	409.8	5949.8	5971.3	5960.6	
STD5	614.6	9084.0	9067.8	9075.9	

表2 分析方法准确度试验结果

重复	样品质量/mg	标样质量/%	理论值/mg	实测值/mg	回收率/%	平均回收率/%
1	0.033 01	0.010 22	0.021 30	0.021 53	101.83	102.11
2	0.032 01	0.010 16	0.020 90	0.021 22	102.25	
3	0.033 24	0.010 47	0.021 63	0.022 08	102.85	
4	0.032 22	0.010 23	0.021 04	0.021 11	101.03	
5	0.035 54	0.010 62	0.022 55	0.022 96	102.57	

3 结论

试验结果表明,利用所建立高效液相色谱分析方法对30%甲酰胺基嘧磺隆水分散粒剂进行定量分析,该方法的平均回收率为102.11%,具有较高的准确度和精密度,线性关系良好,符合NY/T 2887—2016《农药产品质量分析方法确认指南》^[6]要求,并且操作简便、快速,是甲酰胺基嘧磺隆水分散粒剂产品进行质量检测的理想方法。

参考文献

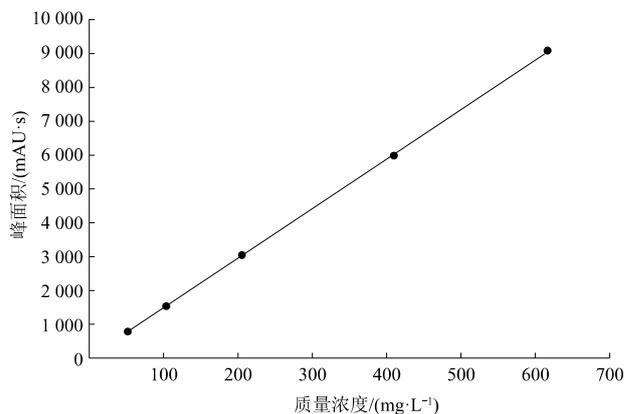


图4 甲酰胺基嘧磺隆峰面积与质量浓度关系图

2.3 方法精密度试验

按1.4.2试样溶液的制备方法配制5个30%甲酰胺基嘧磺隆水分散粒剂的精密度溶液,含量分别为33.39%、33.72%、33.60%、33.06%、34.04%。5个重复样品的平均值为33.56%,标准偏差为0.36%,变异系数为1.09%。

2.4 方法准确度试验

称取含0.01 g(精确至0.000 01 g)甲酰胺基嘧磺隆的30%甲酰胺基嘧磺隆水分散粒剂于100 mL容量瓶中,再加入甲酰胺基嘧磺隆标样0.01 g(精确至0.000 01 g),采用以上分析方法得到的甲酰胺基嘧磺隆的平均回收率为102.11%(表2)。

杂草的防效及安全性[J]. 山西农业科学, 2019, 47(2): 259-261.

- [2] 刘群,孙克,林长福,等. 甲酰胺基嘧磺隆的合成[J]. 现代农药, 2012, 11(4): 19-22.
- [3] 王建平,刘小民,许贤,等. 7种除草剂对夏玉米田杂草的防效及安全性研究[J]. 河北农业科学, 2018, 22(1): 50-53.
- [4] 遇璐,孙克,张敏恒. 甲酰胺磺隆分析方法述评[J]. 农药, 2014, 53(1): 76-77.
- [5] 原万玲,马杜康,孟璨,等. 吡草酰基悬浮剂和微乳剂的高效液相色谱分析方法[J]. 现代农药, 2020, 19(4): 30-36.
- [6] 中华人民共和国农业部. NY/T 2887—2016 农药产品质量分析方法确认指南[S]. 北京: 中国标准出版社, 2016.