

◆ 开发与分析 ◆

34%特丁津·异噁唑草酮悬浮剂高效液相色谱分析

韩曙东,王冬雪*

(哈尔滨利民农化技术有限公司 哈尔滨 150025)

摘要:建立了一种测定34%特丁津·异噁唑草酮悬浮剂的高效液相色谱定量分析方法。选择甲醇+冰醋酸水溶液(pH为3)作为流动相,245 nm作为检测波长,对异噁唑草酮和特丁津进行分离分析。结果显示,异噁唑草酮、特丁津线性相关系数分别为0.999 1和0.999 3,方法标准偏差分别为0.029和0.059,相对标准偏差分别为0.72%和0.20%,回收率分别为99.75%和99.81%。该方法操作简单快捷,精密度与准确度良好,保证了数据结果的可靠性与精确性。

关键词:异噁唑草酮;特丁津;悬浮剂;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.1671-5284.2025.06.008

Analysis of terbutylazine·isoxaflutole 34% SC by HPLC

HAN Shudong, WANG Dongxue*

(Harbin Limin Arochemical Technology Co., Ltd., Harbin 150025, China)

Abstract: A high-performance liquid chromatography (HPLC) method for the detection of terbutylazine·isoxaflutole 34% SC was developed in this study, using methanol and acetic acid aqueous solution as mobile phases, at 245 nm detection wavelength. The results showed that the linear correlation coefficients of isoxaflutole and terbutylazine were 0.999 1 and 0.999 3, the standard deviations were 0.029 and 0.059, the relative standard deviations were 0.72% and 0.20%, and the recoveries were 99.75% and 99.81%, respectively. The method demonstrated significant advantages: streamlined operation enhanced efficiency; exceptional precision and accuracy ensured reliable data interpretation; and robust linear relationships validated both scientific rigor and practical applicability.

Key words: isoxaflutole; terbutylazine; SC; HPLC; analysis

特丁津作为一种高效广谱的三嗪类除草剂,在农业生产中广泛应用于多种作物的田间杂草防控。该药剂主要通过抑制杂草的光合作用发挥除草效果,芽前处理表现出卓越的防除效果,可有效防除一年生阔叶杂草和部分禾本科杂草。与同类除草剂扑草净和莠去津相比,特丁津在对棉花、玉米及花生等作物的选择性方面具有显著优势,不易引起药害,作物安全性更高^[1]。此外,在防除常见杂草如马唐、稗草、反枝苋和马齿苋方面,特丁津也显示出更稳定和彻底的防除效果^[2]。

异噁唑草酮属于异噁唑烷酮类除草剂,通过抑

制杂草体内类胡萝卜素的生物合成而起效。在夏玉米生产中,于播后苗前阶段施用异噁唑草酮,能有效防除狗尾草、反枝苋、马齿苋和藜等多种常见杂草。该药剂不仅杀草谱广,还具有较长的持效期。研究表明,施药40 d后,其对田间杂草的整体防效仍达到97.7%^[3]。异噁唑草酮对夏玉米表现出良好的作物相容性,田间应用未见明显药害症状,并在一定程度上促进作物生长,有助于提高最终产量^[3-4]。

特丁津与异噁唑草酮的复配使用近年来得到推广,两者在作用机制上具有互补性,可显著扩大杀草谱并提高防除效果。该复配制剂对玉米田常见一

收稿日期:2025-09-22

基金项目:黑龙江省重大科技成果转化项目(ZC2024SH0063)

作者简介:韩曙东 男,高级工程师,主要从事农药制剂研发及农业病虫草害防治技术研究。E-mail: hanshudong@jsac.com.cn

通信作者:王冬雪 女,主要从事农药制剂质量检测相关工作。E-mail: 1807037478@qq.com

年生杂草如马唐、牛筋草和反枝苋等表现出稳定且高效的防控能力,同时对玉米生长无不良影响,安全性良好^[5]。在质量控制方面,采用高效液相色谱(HPLC)技术可实现对特丁津和异噁唑草酮的有效分离与定量分析。在相同的色谱条件下,2种化合物分离度良好,峰形对称。本研究建立的方法操作简便、结果准确、重复性高,能够满足复配制剂的质量控制和检测需求。

1 材料与方法

1.1 试剂

97.6%异噁唑草酮标样,江苏中旗科技股份有限公司;97.5%特丁津标样,河北临港化工有限公司;34%特丁津·异噁唑草酮悬浮剂(特丁津30%+异噁唑草酮4%),哈尔滨利民农化技术有限公司实验室制。甲醇(色谱纯)、冰醋酸(分析纯)、超纯水,电阻率(25℃)为18 MΩ·cm。

1.2 主要仪器

Agilent 1260 Infinity 高效液相色谱仪,带DAD检测器、自动进样器和Agilent色谱工作站。SHZ-D()循环水式真空泵、过滤器、SQP电子天平、KQ5200E超声波振荡器等。

1.3 液相色谱操作条件

色谱柱为C₁₈不锈钢柱(250 mm×4.6 mm),柱温40℃。流动相为甲醇+冰醋酸水溶液(pH为3),体积比为65:35,流速设为0.9 mL/min;检测波长245 nm,进样体积2.0 μL。在上述条件下,异噁唑草酮保留时间约为6.1 min,特丁津保留时间约为10.2 min。典型的特丁津、异噁唑草酮标样及试样色谱图见图1。

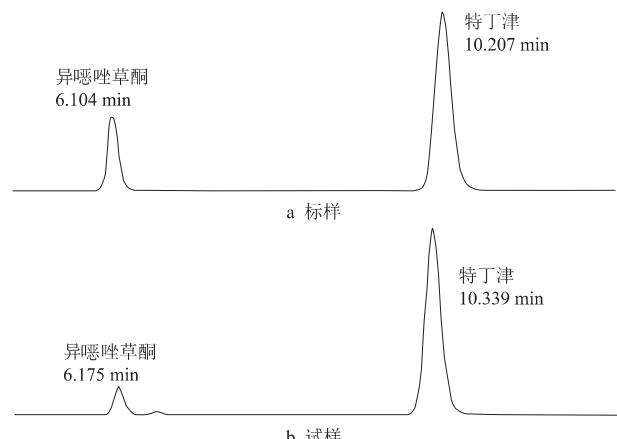


图1 标样(a)及试样(b)高效液相色谱图

1.4 测定步骤

1.4.1 标样溶液的配制

使用精度为十万分之一的电子分析天平,准确

称取异噁唑草酮标样0.01 g(精确至0.000 01 g)与特丁津标样0.03 g(精确至0.000 01 g),置于25 mL洁净容量瓶中。先加入约20 mL色谱纯甲醇,超声处理10 min,使其充分溶解,冷却至室温,定容,摇匀。

1.4.2 试样溶液的配制

准确称取34%特丁津·异噁唑草酮悬浮剂试样0.1 g(精确至0.000 01 g)于25 mL容量瓶中,按照上述标样溶液配制方法进行溶解与定容。

1.4.3 测定

在高效液相色谱系统及检测器信号基线平稳后,连续进样进行系统适应性测试。当相邻2针标样中目标物(异噁唑草酮与特丁津)峰面积的相对偏差小于1.5%时,仪器系统处于稳定状态。随后按标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行交替进样。

1.4.4 计算

分别对标样溶液和试样溶液中异噁唑草酮与特丁津的色谱峰面积进行积分,取2针标样及2针试样相应峰面积的平均值。按下列公式计算试样中各组分的质量分数(%):

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

式中:A₁—标样溶液中2针异噁唑草酮(特丁津)峰面积平均值;A₂—试样溶液中2针异噁唑草酮(特丁津)峰面积平均值;m₁—标样质量,g;m₂—试样质量,g;w—标样中异噁唑草酮(特丁津)质量分数,‰。

2 结果与分析

2.1 色谱条件的选择

在检测34%特丁津·异噁唑草酮悬浮剂中有效成分质量分数时,流动相体系的优化是关键。本研究通过系统调节甲醇、水与冰醋酸的比例,并对不同配比下目标组分的色谱行为(包括峰形、对称性、分离度及保留时间)进行综合评估,最终确定以甲醇+水(pH为3),体积比为65:35作为最优流动相体系。在此条件下,2种有效成分的色谱峰均呈现良好的对称性,异噁唑草酮、特丁津,及其与杂质峰均实现基线分离,保留时间稳定且适中,无显著拖尾或前沿现象。该体系不仅能有效排除制剂中助剂及降解产物的干扰,也具备良好的重现性,可满足复杂基质中双组分同时准确定量的要求。

2.2 波长的选择

在245 nm检测波长下,异噁唑草酮与特丁津均表现出较强的紫外吸收响应,吸收值处于仪器线性

范围内的适宜区间,有利于准确定量。同时,在该波长下,2种有效成分的色谱峰峰形良好,无明显基线噪声或杂质峰干扰,有效保证了检测的特异性和准确性。综合考量灵敏度、信噪比及分离效果,本研究最终确定采用245 nm作为高效液相色谱分析的检测波长(图2)。

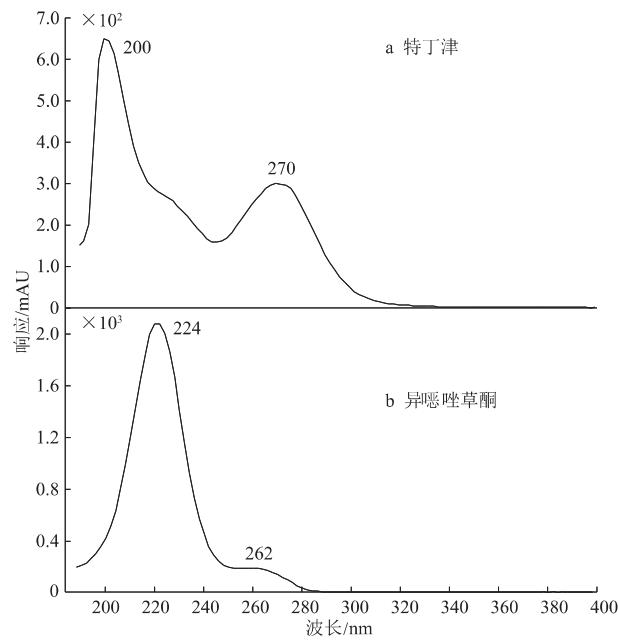


图2 异噁唑草酮、特丁津紫外光谱图

2.3 方法线性相关性

按照1.4.1中方法,配制特丁津、异噁唑草酮5个浓度梯度标样工作溶液,依次进样分析,记录各浓度对应的响应值。将质量浓度和响应值分别作为横、纵轴,绘制标准曲线(图3、图4),用于后续定量分析。异噁唑草酮线性方程为 $y=5555.1x-60.639$,相关系数为0.999 1($n=5$);特丁津线性方程为 $y=7712.3x-480.77$,相关系数为0.999 3($n=5$)。说明在本研究选定的条件下,异噁唑草酮、特丁津的响应值与质量浓度线性关系良好。

7712.3 x -480.77,相关系数为0.999 3($n=5$)。说明在本研究选定的条件下,异噁唑草酮、特丁津的响应值与质量浓度线性关系良好。

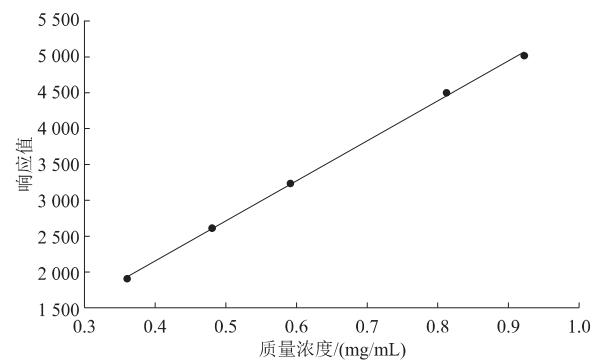


图3 异噁唑草酮线性关系图

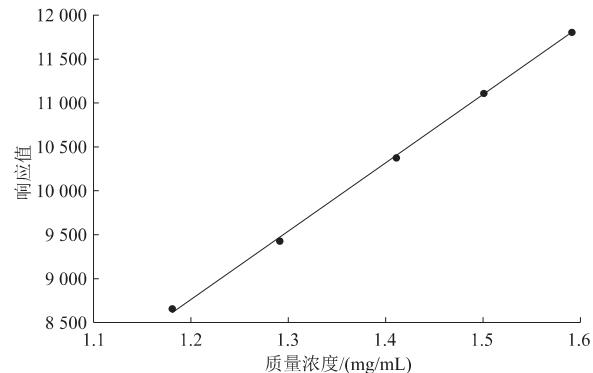


图4 特丁津线性关系图

2.4 分析方法精密度

在上述色谱条件下,对同一批34%特丁津·异噁唑草酮悬浮剂样品进行5次重复测定,以评估方法的精密度。结果表明,异噁唑草酮和特丁津的质量分数测定结果重复性良好,标准偏差分别为0.029和0.059,相对标准偏差分别为0.72%和0.20%(表1)。该方法具有良好的重复性和稳定性。

表1 精密度试验结果

有效成分	质量分数/%					标准偏差	相对标准偏差/%
	1	2	3	4	5		
异噁唑草酮	4.05	4.01	4.03	3.99	3.98	4.01	0.029
特丁津	30.11	30.03	30.05	29.98	29.96	30.03	0.059

2.5 分析方法准确度

为评价方法的准确度,采用加标回收法进行验证。称取5份已知含量的样品,分别添加一定量的异噁唑草酮与特丁津标样,按上述色谱条件进行测定并计算回收率。结果显示,异噁唑草酮的平均回收率为99.75%,特丁津的平均回收率为99.81%(表2)。回收率均在95%~105%的可接受范围内,表明该

方法准确性良好,系统误差小,能够满足农药制剂中有效成分定量分析的要求。

2.6 方法特异性

本方法采用高效液相色谱-二极管阵列检测器(HPLC-DAD)联用技术,并通过峰纯度分析功能对所测化合物进行特异性鉴别。对异噁唑草酮与特丁津标样以及34%特丁津·异噁唑草酮悬浮剂试样中

目标色谱峰进行峰纯度检测。结果显示,各有效成分对应的色谱峰纯度均大于99.0,表明其峰形良好、均一,无共洗脱杂质干扰。该结果表明所建立的分析方法具有较强的特异性,在异噁唑草酮和特丁津的出峰位置处未见明显干扰峰,基线分离效果理想,能够准确对目标化合物进行定性与定量,符合农药制剂质量分析的相关要求。

表2 准确度测试结果

有效成分	序号	理论值/ mg	实测值/ mg	回收率/ %	平均回 收率/%
异噁唑草酮	1	4.03	3.99	99.01	
	2	4.14	4.09	98.79	
	3	4.01	3.98	99.25	99.75
	4	4.05	4.07	100.49	
	5	4.11	4.16	101.22	
特丁津	1	30.12	30.01	99.63	
	2	30.01	29.88	99.57	
	3	30.14	30.02	99.60	99.81
	4	30.09	30.12	100.10	
	5	30.01	30.05	100.13	

3 结论

试验结果表明,在该色谱条件下,异噁唑草酮与

特丁津分离效果良好,保留时间稳定,峰形对称,无明显拖尾或前沿现象,目标峰与杂质峰达到基线分离。制剂中复杂基质对目标物测定干扰较小,表明方法具有较强的抗干扰能力和良好的选择性。该方法操作简便,样品前处理快速,整体分析时间较短,具有良好的重复性和较高的精密度,加标回收率试验结果准确可靠。综上所述,本方法能够有效实现34%特丁津·异噁唑草酮悬浮剂中各有效成分的定量测定。

参考文献

- [1] 王利平,王金信,鲁梅,等.特丁津与扑草净、莠去津对3种作物的安全性比较[J].现代农药,2005,4(4): 34-35; 38.
- [2] 连玉朱,王金信,李龙森,等.特丁津与扑草净、莠去津活性比较[J].农药科学与管理,2005,26(11): 27-29.
- [3] 李娅,封云涛,郭晓君,等.异噁唑草酮对夏玉米田杂草的防除效果[J].中国植保导刊,2022,42(10): 77-80.
- [4] 滕春红,岳建超,马艺倩,等.异噁唑草酮对玉米田杂草的除草活性及对玉米的安全性评价[J].世界农药,2020,42(11): 45-49.
- [5] 王恒智,王金信,黄修柱,等.33%特丁津·异噁唑草酮悬浮剂防治玉米田一年生杂草效果与安全性[J].农药科学与管理,2025,46(4): 49-55.

(编辑:顾林玲)

(上接第34页)

- and tannic acid to enhance the UV protection of cotton fabrics[J]. J Nat Fibers, 2022, 19(9): 3492-3501.
- [24] GHALAVAND R, GHAFURI H, ARDESHIRI H H. Preparation of nanodiamond anchored on copper tannic acid as a heterogenous catalyst for synthesis of 1,4-benzodiazepines derivatives[J]. Sci Rep, 2024, 14(1): 8655.
- [25] 李明伟.精甲霜灵·嘧菌酯·咯菌腈等农药环保制剂研制[D].贵阳:贵州大学,2018.
- [26] KANG H, LONG D J, HAYNES C L. Preparation of colloidally stable positively charged hollow silica nanoparticles: effect of minimizing hydrolysis on potentials[J]. Langmuir, 2019, 35(24): 7985-7994.
- [27] LI M, XU J G, PEI D D, et al. Evaluation of aminated nano-silica as a novel shale stabilizer to improve wellbore stability[J]. Materials, 2024, 17(8): 1776.
- [28] ZHOU Z Y, GAO Y H, CHEN X, et al. One-pot facile synthesis of double-shelled mesoporous silica microcapsules with an improved soft-template method for sustainable pest management[J]. ACS Appl Mater, 2021, 13(33): 39066-39075.
- [29] HONG T, WAN M H, LV S S, et al. Metal-phenolic coated rod-like silica nanocarriers with pH responsiveness for pesticide delivery[J]. Colloid Surface A, 2023, 662: 130989.
- [30] LI J W, SHAO X M, ZHANG B, et al. Hydrophilic surface modification of carbon black through a mussel-inspired reaction of tannic acid and diethylenetriamine[J]. Colloid Polym Sci, 2022, 300(9): 1017-1025.
- [31] 廖玉龙.单宁酸-Cu 纳米系统增强姜黄素抗菌活性及唑类化合物催化转酰胺反应的机理研究[D].成都:西华大学,2018.
- [32] 马蔓蔓.单宁酸与铜离子纳米组装体的制备及抗菌应用[D].河南焦作:河南理工大学,2021.
- [33] BRUGMAN S. The zebrafish as a model to study intestinal inflammation [J]. Developmental & Comparative Immunology, 2016, 64: 82-92.
- [34] JAIN H V, DHIMAN S, ANSARI N G. Recent trends in techniques, process and sustainability of slow-release formulation for pesticides[J]. Industrial Crops and Products, 2024, 216: 118764.
- [35] 曹立冬,赵鹏跃,曹冲,等.纳米农药的研究进展及发展趋势[J].现代农药,2023,22(2): 1-10.

(编辑:顾林玲)