

嘧草醚原药的高效液相色谱分析

刘淑杰, 吴公信, 梁敏

(沈阳化工研究院有限公司 新农药创制与开发国家重点实验室, 沈阳 110021)

摘要: [目的] 建立一种用高效液相色谱测定嘧草醚的定量分析方法。 [方法] 采用C₁₈色谱柱, 以乙腈-水(体积比为60:40)为流动相, 流量为0.5 mL/min, 柱温为30 °C, 选择254 nm为检测波长进行检测。 [结果] 方法的线性相关系数0.9998, 标准偏差为0.33, 平均回收率为100.30%。 [结论] 方法简便、快速、能进行准确定量分析, 结果稳定。

关键词: 嘧草醚; 高效液相色谱; 分析

中图分类号: TQ450.7 文献标志码: A 文章编号: 1006-0413(2011)09-0659-02

Determination of Pyriminobac-methyl TC by HPLC

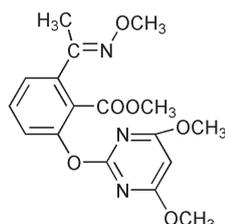
LIU Shu-jie, WU Gong-xin, LIANG Min

(State Key Laboratory of the Discovery and Development of Novel Pesticide, Shenyang Research Institute of Chemical Industry Co., Ltd., Shenyang 110021, China)

Abstract: [Aims] A HPLC method was developed for the quantitative determination of pyriminobac-methyl TC. [Methods] The mobile phase was the mixture of acetonitrile and water(60:40, by vol), flow rate was 0.5 mL/min, and a C₁₈ chromatographic column was used with column temperature at 30 °C and the detection wave length was 254 nm. [Results] The linear correlation coefficient was 0.9998, the standard deviation was 0.33, and the average recovery was 100.30%. [Conclusions] The method was easily and quickly performed with high sensitivity for quantitative analysis and the results were stable.

Key words: pyriminobac-methyl; HPLC; analysis

嘧草醚(pyriminobac-methyl)是日本组合化学研发的一种内吸传导型专业除稗剂, 属嘧啶水杨酸类除草剂, 原药含(E)-异构体85.92%、(Z)-异构体10.5%, 外观为淡黄色晶粒, 化学结构式如下:



嘧草醚通过杂草的茎叶和根吸收, 并迅速传导至全株, 抑制乙酰乳酸合成酶(ALS)和氨基酸的生物合成, 从而抑制和阻碍杂草体内的细胞分裂, 使杂草停止生长, 最终使杂草白化而枯死^[1]。在防治适期内用药, 能有效防除稗草和小龄千金子, 尤其是对抗性水田稗草有特异的高活性, 从水田稗草发生前到3叶期, 以30~120 g a.i./hm²低药量使用, 用药不受雨水影响, 与其他农药的混配性好, 药效期长达40~60 d, 对直播水稻和移栽水稻有高的安全性, 对后茬作物、人畜及环境均安全^[2]。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

高效液相色谱仪: Waters 1525 高效液相色谱仪,

Waters 2489 紫外可变检测器; Waters 色谱工作站, Empower 软件; 柱温箱: 美瑞泰克科技(天津)有限公司 CO-5065 COLUMN OVEN; 色谱柱: XBridge C₁₈(4.6 mm × 150 mm, 3.5 μm); 5 μL 定量环; KQ-50E 型超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司); Sartorius 万分之一电子天平。

乙腈(色谱纯), 新蒸的二次蒸馏水, 嘧草醚标样(含量 > 99%, 自提)。

1.2 液相色谱操作条件

流动相: 乙腈-水(体积比60:40); 流速0.5 mL/min; 柱温: 30 °C; 检测波长: 254 nm; 进样量: 5 μL; 保留时间: 嘧草醚(Z)-异构体与(E)-异构体出峰时间分别为7.1、8.7 min。嘧草醚标样和原药高效液相色谱图见图1、2。

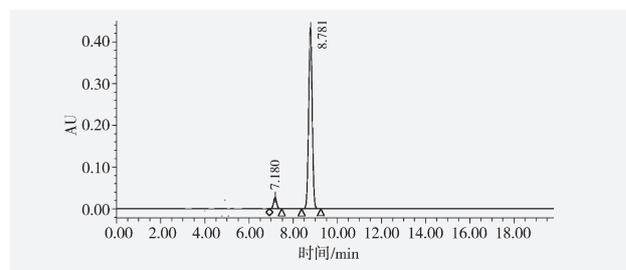


图1 嘧草醚标样高效液相色谱图

收稿日期: 2011-06-01, 修返日期: 2011-06-23

作者简介: 刘淑杰(1980—), 女, 从事农药研究。

通讯作者: 吴公信(1963—), 男, 高级工程师, 主要研究方向: 农药合成。Tel: 024-85869180, E-mail: wugongxin@sinochem.com。

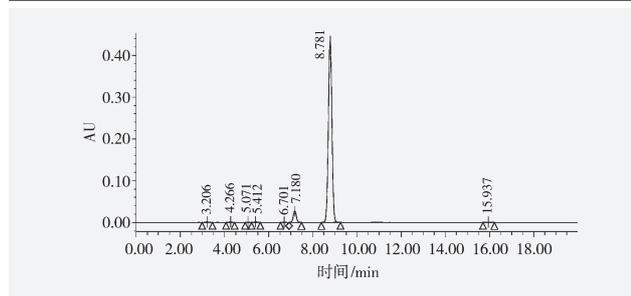


图2 噻草醚原药高效液相色谱图

1.3 测定步骤

1.3.1 标样溶液的配制

称取标样0.05 g(精确至0.000 2 g)于100 mL容量瓶中,加甲醇溶解,超声水浴中振荡2 min,使试样完全溶解,冷却至室温,再用甲醇定容,摇匀备用。

1.3.2 试样溶液的配制

称取试样0.05 g(精确至0.000 2 g)于100 mL容量瓶中,加甲醇溶解,超声水浴中振荡2 min,使试样完全溶解,冷却至室温,再用甲醇定容,摇匀备用。

1.3.3 测定

在上述操作条件下,待仪器基线稳定后,连续注入数次标样溶液,计算各次响应值的重复性,待相邻2次的响应值变化小于1.0%。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

将测得的2次试样溶液及试样前后2次标样溶液中噻草醚峰面积分别进行平均,试样中噻草醚质量分数 $X(\%)$ 按下式计算。

$$X(\%) = \frac{A_2 m_1 P}{A_1 m_2}$$

式中: A_1 为标样溶液中噻草醚(Z)-异构体与(E)-异构体的峰面积和的平均值

A_2 为试样溶液中噻草醚(Z)-异构体与(E)-异构体的峰面积和的平均值

m_1 为标样的质量(g)

m_2 为试样的质量(g)

P 为标样中噻草醚(Z)-异构体与(E)-异构体和质量分数(%)

2 结果与讨论

2.1 检测波长的选择

用紫外分光光度计对噻草醚标准溶液在190~400 nm

进行全波长扫描,其最大吸收波长为254 nm,故最终选择254 nm作为检测波长。

2.2 流动相的选择

在分析过程中,为了得到较好的峰形,达到简便、快捷的要求,经多次配比试验,确定流动相为乙腈-水(体积比60:40),流速0.5 mL/min,保留时间为7.1、8.7 min,分析时间相对较短,峰形尖锐、对称,保留时间适中。

2.3 方法的线性相关性测定

配制一系列标样溶液,分别称取0.02、0.03、0.04、0.05、0.07 g噻草醚标样于100 mL容量瓶中,用甲醇溶解,并稀释至刻度。在上述色谱条件下,待仪器稳定后,分别进行测定。以标准溶液质量浓度为横坐标、噻草醚峰面积为纵坐标绘制标准曲线。测试方法的线性方程为 $y=2.078x+0.677$, $r=0.9998$ 。

2.4 分析方法的精密度

在上述色谱条件下,对同一待测样品进行6次重复测定,噻草醚的平均含量为97.52%,标准偏差为0.33,实验结果表明该方法精密度较高。

2.5 分析方法的准确度

采用加标回收法,在一个已知含量的噻草醚样品中加入一定量的噻草醚标准品,配成一定质量浓度的样品,按选定的方法测定,测得噻草醚的平均回收率为100.3%,说明该方法准确度良好(见表1)。

表1 准确度测定结果

批号	加入量/mg	实测值/mg	回收率/%	平均回收率/%
1	25	25.31	101.2	100.3
2	25	25.19	100.8	
3	50	49.96	99.92	
4	50	50.08	100.4	
5	75	74.87	99.83	
6	75	74.93	99.91	

3 结论

该方法具有定量准确、重复性好、分析速度快、线性关系良好、操作简便等特点。在实际生产过程中能正确指导工业化生产,准确控制产品质量,是分析噻草醚较为理想的方法。

参考文献:

- [1] 程志明. 除草剂噻草醚的开发[J]. 世界农药, 2003, 25(1): 1-6.
- [2] 杨玉剑. 水稻田防除稗草专用除草剂必利必能[J]. 农药市场信息, 2009(12): 35.

责任编辑:李新