

农药分析

噁唑酰草胺的高效液相色谱分析

罗婧, 彭文涛, 金雅慧, 王鸣华

(南京农业大学 植物保护学院, 南京 210095)

摘要:采用高效液相色谱法,使用C₁₈反相色谱柱和紫外检测器,用外标法对噁唑酰草胺进行定性、定量分析。方法的标准偏差为0.2309,变异系数为2.32%,线性相关系数为0.9999,平均回收率为102.9%。

关键词:噁唑酰草胺;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(2009)03-0191-02

Analyzed Method of Metamifop by HPLC

LUO Jing, PENG Wen-tao, JIN Ya-hui, WANG Ming-hua

(Plant Protection College, Nanjing Agricultural University, Nanjing 210095, China)

Abstract: Developed the quantitative analysis method of metamifop by HPLC with C₁₈ column at UV 240 nm. The results showed that standard deviation, variation coefficient and average recovery was 0.2309, 2.32% and 102.9%, respectively. Linear relative coefficient was 0.9999.

Key words: metamifop; HPLC; analysis

噁唑酰草胺(metamifop)为芳氧苯氧丙酸酯类除草剂,可极好防除大多数一年生禾本科杂草,与大多数此类除草剂不同的是噁唑酰草胺对水稻安全,可有效防除水稻田主要杂草,如稗草、千金子、马唐和牛筋草,主要用于移栽和直播稻田除草。噁唑酰草胺低毒,对环境安全,有广泛的混溶性,并有望用于其他作物和草坪除草,是很有发展前景的除草剂。目前关于噁唑酰草胺的分析方法未见报道。研究了高效液相色谱法测定噁唑酰草胺含量的方法,获得令人满意结果,方法快速、准确,符合定量分析的要求。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

Agilent 1200高效液相色谱仪,紫外检测器;Agilent 色谱工作站;色谱柱:Eclipse XDB-C₁₈柱(15 cm × 4.6 mm × 5 μm)。乙腈(色谱纯,Fisher Chemicals公司);水为超纯水;噁唑酰草胺标准品(质量分数97%,由韩国Dongbu Fine化学公司提供);10%噁唑酰草胺乳油(由苏州富美实

植物保护剂有限公司提供)。

1.2 色谱操作条件

检测波长240 nm;柱温25 °C;进样量20 μL;流动相乙腈-水(体积比70:30),流速0.8 mL/min;保留时间8.7 min。

1.3 测定步骤

1.3.1 标准溶液和样品溶液的配制

称取噁唑酰草胺标准品0.1 g(精确至0.0002 g)于100 mL容量瓶中,用乙腈定容至刻度,摇匀作为母液。将此母液稀释配制成含噁唑酰草胺10 mg/L的标准溶液,摇匀备用。

称取含噁唑酰草胺0.1 g(精确至0.2 mg)样品,置于100 mL容量瓶中,乙腈定容至刻度,摇匀作为母液。将此母液稀释配制成含噁唑酰草胺10 mg/L的样品溶液,摇匀备用。

1.3.2 测定

在上述液相色谱条件下,待仪器稳定后,连续注入数针标准溶液,计算各针相对响应值的重复性,待相邻2针的相对响应值变化小于1.5%,按标准溶液、样品溶液、样品溶液、标准溶液的顺序进行液相色谱分析(见图1)。

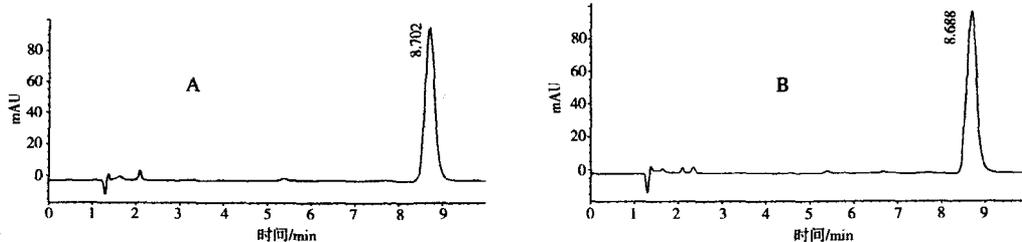


图1 标样(A)和样品(B)HPLC谱图

收稿日期:2008-10-20,修返日期:2008-11-20

作者简介:罗婧(1981—),女,吉林省吉林市人,硕士,从事农药残留检测研究。E-mail: 2007102119@njau.edu.cn。

通讯作者:王鸣华(1961—),男,山西垣曲人,博士,教授,从事农药科研工作。Tel: 025-84395479, E-mail: wangmha@njau.edu.cn。

1.3.4 计算

将测得的2针试样溶液以及试样前后2针标样溶液中噁唑酰草胺的峰面积分别进行平均,噁唑酰草胺的质量分数 $X(\%)$ 按下式计算:

$$X(\%) = \frac{A_2 \times m_1 \times P}{A_1 \times m_2} \times 100$$

式中: A_1 为标样溶液中噁唑酰草胺峰面积平均值

A_2 为试样溶液中噁唑酰草胺峰面积平均值

m_1 为噁唑酰草胺标样的质量(g)

m_2 为噁唑酰草胺试样的质量(g)

P 为噁唑酰草胺标准品的质量分数(%)

2 结果与讨论

2.1 检测波长的选择

采用紫外分光光度计在200~400 nm范围内对噁唑酰草胺标准溶液进行紫外扫描(见图2),发现噁唑酰草胺在205、240 nm处均有最大吸收,但由于205 nm处样品中的其他杂质和溶剂也有吸收,对噁唑酰草胺产生干扰,故选择240 nm为检测波长。

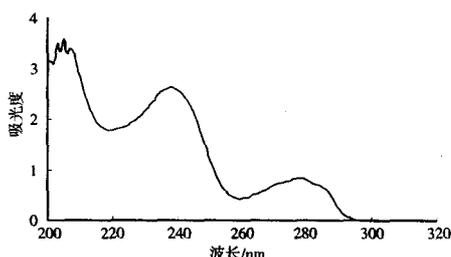


图2 噁唑酰草胺紫外吸收谱图

2.2 线性关系的测定

将噁唑酰草胺标准母液配制成0.5、1.0、5.0、10、20 mg/L系列质量浓度的溶液,按上述色谱条件检测,以质量浓度为横坐标,以峰面积为纵坐标绘制标准曲线,结果表明:样品峰面积与质量浓度呈良好的线性关系,回归方程为 $y = 60.385x - 5.6099$,相关系数 $r = 0.9999$,线性范围为0.5~20 mg/L。

2.3 方法准确度的测定

在已知质量浓度的样品中,添加系列不同质量浓度的噁唑酰草胺标准品,在上述色谱条件下测定噁唑酰草胺的质量分数并计算回收率,平均回收率为102.9%。

2.4 方法精密度的测定

按上述方法和条件对同一含量噁唑酰草胺样品,重复测定6次,标准偏差为0.2309,变异系数为2.32%。

3 结论

从方法的准确度和精密度可以看出:在选定的色谱条件下,采用高效液相色谱法测定噁唑酰草胺,方法重现性好、准确度高、简便、快速,是一种可行的分析方法,可用于噁唑酰草胺的质量控制和检测。

参考文献:

- [1] 曾仲武,姜雅君. 新稻田除草剂Metamifop[J]. 农药, 2004, 43(7): 327-328.
- [2] 曾得意,王鸣华. 噁虫嗪的反相高效液相色谱分析[J]. 农药, 2005, 44(10): 469-470.
- [3] 方婷,寿林飞,朱国念,等. 10%苄嘧磺隆·精噁唑禾草灵悬浮剂高效液相色谱分析[J]. 农药, 2007, 46(7): 473-474.

责任编辑:李新

《中国植保技术大全》

全套4本,400多万字,400多版彩图,大16开,2000多页。

第一卷:《病虫草害原色图谱》

经过权威专家研究比较,全书收集了60多种作物田800多种重要病虫草害,这些病虫草害均是发生比较严重,生产上需要重点考虑的防治对象。图片清晰、典型,易于田间识别对照。症状特征介绍详细、通俗易懂、图文并茂、理论实践并重。

第二卷:《农药应用技术大全》

专家们考虑到实用性、权威性,全书收集国内已经登记、即将登记或国外使用较为广泛的农药品种722种,重要农药混剂200种。对每个品种的中文通用名、英文通用名、商品名、理化特性、毒性、制剂、作用特点、使用方法、注意事项进行了介绍;并特别对作用特点和作用机制、田间应用技术进行了详细而准确的介绍。

第三卷:《病虫草害防治技术大全》

全书对60多种作物田的病虫草害进行了全面的介绍,对

多种病虫草害的发生规律、生物学特性、防治方法、最佳使用药剂和剂量进行了全面的分析和介绍。权威专家根据作物的生长发育规律,对每种作物都总结了病虫草害发生与防治;提出了各生育阶段的病虫草害防治策略、提出了各种生育阶段或各种病虫草害的最佳防治药剂种类和剂量。

第四卷:《农药企业和经销商信息大全》

全书包括国内正式注册的2600多家农药企业、22个省市10000多家农药经销商单位名称、负责人情况、地址和电话;并对400家重点农药企业、600家农药经销商的生产或经营情况进行了详细地介绍。书中内容详细、准确,作者都进行了逐个核查。

订价:全套238元,邮费30元,共计268元。

邮购地址:沈阳市铁西区沈辽东路8号沈阳化工研究院《农药》编辑部白洪华收 邮编:110021 电话:024-85869187

注明:不受理银行汇款。汇款单上请务必写明收件人姓名、详细地址、邮政编码、单位名称、联系电话,以便联系。