

邢红, 黎娜, 梅宝贵. 氨唑草酮原药高效液相色谱测定[J]. 农药, 2016, 55(4): 267-268.

氨唑草酮原药高效液相色谱测定

邢红, 黎娜, 梅宝贵

(沈阳化工研究院有限公司, 沈阳 110021)

摘要: [目的]建立了高效液相色谱测定氨唑草酮原药的方法。[方法]采用Agilent Extend-C₁₈色谱柱,以乙腈-0.1%磷酸溶液(体积比35:65)为流动相,检测波长为222 nm,对氨唑草酮原药进行定量分析。[结果]在0.1~0.65 g/L范围内,相关系数为0.9999,变异系数为0.16%,平均回收率为100.25%。[结论]该方法简便、快速、灵敏、准确地测定原药氨唑草酮的含量。

关键词: 氨唑草酮; 高效液相色谱; 测定

中图分类号: TQ450.7 **文献标志码:** A **文章编号:** 1006-0413(2016)04-0267-02

Determination of Amicarbazone TC by HPLC

XING Hong, LI Na, MEI Bao-gui

(Shenyang Research Institute of Chemical Industry Co., Ltd., Shenyang 110021, China)

Abstract: [Aims] The HPLC (high performance liquid chromatography) method for determination of amicarbazone TC was established. [Methods] The quantitative analysis of amicarbazone TC was carried out by using Agilent column Extend-C₁₈ with the mixture solution of acetonitrile-0.1% phosphoric acid (35:65, by vol) as mobile phase at 222 nm. [Results] The linear correlation coefficient was 0.9999 in the range of 0.1 to 0.65 g/L, and the coefficient of variation was 0.16%, and the average recovery was 100%. [Conclusions] This method can be used for determining the content of amicarbazone in amicarbazone TC, which is simple, fast and sensitive with good accuracy.

Key words: amicarbazone; high performance liquid chromatography; determination

氨唑草酮(amicarbazone)最早于1988年由德国拜耳公司研发的三唑啉酮类高效除草剂,其化学名称为4-氨基-4,5-二氢-N-叔丁基-3-异丙基-5-氧-1-氢-1,2,4-三唑-1-酰胺。可有效防除玉米田阔叶杂草并兼除部分禾本科杂草^[1],通过抑制叶绿素生物合成过程中原卟啉原氧化酶而引起细胞膜破坏,使叶片迅速干枯、死亡^[2]。

国内目前有关氨唑草酮的分析方法报道较少。本文采用高效液相色谱法测定氨唑草酮原药,该方法能够快速准确地对氨唑草酮原药进行定量分析,满足企业日常检测的要求。

1 实验部分

1.1 仪器和试剂

高效液相色谱仪(美国Waters公司),配备Agilent Extend-C₁₈, 250 mm × 4.6 mm(i.d.)色谱柱;紫外检测器;孔径为0.45 μm的过滤器;乙腈:色谱纯;磷酸:分析纯;超纯水;氨唑草酮标样(已知含量98.7%),沈阳化工研究院农药检验实验室;97%氨唑草酮原药,江苏省农用技术工程技术研究中心有限公司。

1.2 色谱条件

流动相:乙腈-0.1%磷酸水溶液(体积比35:65),超声波超声脱气;流速1.0 mL/min;柱温30 °C;检测波长222 nm;进样体积10 μL;氨唑草酮保留时间约为6.0 min。典型的氨唑草酮原药的高效液相色谱图见图1。

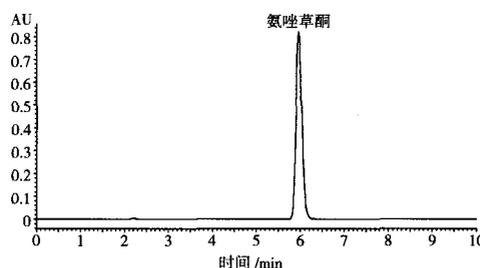


图1 氨唑草酮原药的高效液相色谱图

1.3 测定步骤

1.3.1 标准溶液的配制

称取氨唑草酮标样0.02 g(精确至0.000 01 g),置于50 mL容量瓶中,用乙腈溶液溶解并稀释至刻度,摇匀。

1.3.2 试样溶液的配制

称取经充分混匀的试样0.02 g(精确至0.000 01 g),

置于50 mL容量瓶中,用乙腈溶液溶解并稀释至刻度,摇匀。

2 结果与讨论

2.1 检测波长的选择

氨唑草酮的最大吸收波长为222 nm。在该波长处,所用的溶剂乙腈、水均不干扰分析,故确定此波长为检测波长。

2.2 溶液溶液的配制

本方法采用乙腈溶液(乙腈与0.1%磷酸水溶液按体积比70:30混合,摇匀)溶解样品,可使氨唑草酮原药完全溶解。

2.3 线性相关性测定

配制质量浓度为0.1、0.15、0.25、0.35、0.5、0.65 g/L的氨唑草酮标样溶液,并在上述条件下进行测定。

以溶液质量浓度为横坐标,以色谱峰面积为纵坐标绘制曲线。结果表明:氨唑草酮标样溶液质量浓度在0.1~0.65 g/L范围内,线性回归方程为 $y=1.8 \times 10^7 x + 4.5 \times 10^4$,相关系数 $r=0.9999$ 。

2.4 精密度测定

对氨唑草酮原药进行6次平行测定,测得氨唑草酮含量的标准偏差为0.156,变异系数为0.16%,见表1。

表1 氨唑草酮精密度测定结果

样品	质量分数/%						RSD/%
	1	2	3	4	5	6	
氨唑草酮	97.96	97.72	97.97	98.16	97.85	98.07	98.0

(上接第266页)

3 结论

综上所述,试验建立的高效液相色谱方法可快速高效分离、测定25%氟吗啉·唑啉酯悬浮剂复配制剂,线性关系良好,操作简单,准确度与精密度完全满足分析检验要求。该方法可有效地监督控制氟吗啉·唑啉酯制剂含量。

2.5 准确度测定

称取原药样品配制成一个试样溶液,分别移取相同体积的上述溶液来制备2份相同的样品,其中1份加入一定量氨唑草酮标样。如此配制成6个混合样品溶液和6个空白溶液。测定每个样品的氨唑草酮总质量,计算回收率,回收率测定结果见表2。

表2 氨唑草酮回收率测定结果

序号	加入标样质量 m_1 /g	加入标样理论质量 m_2 /g	测得加标质量 m_3 /g	回收率/%	平均回收率/%
1	8.280×10^{-3}	8.170×10^{-3}	8.170×10^{-3}	100.00	100.25
2	8.800×10^{-3}	8.690×10^{-3}	8.750×10^{-3}	100.69	
3	8.810×10^{-3}	8.700×10^{-3}	8.630×10^{-3}	99.20	
4	9.780×10^{-3}	9.650×10^{-3}	9.710×10^{-3}	100.62	
5	1.015×10^{-2}	1.002×10^{-2}	1.009×10^{-2}	100.70	
6	1.088×10^{-2}	1.074×10^{-2}	1.077×10^{-2}	100.28	

注:氨唑草酮标样含量为98.7%。

3 结论

本方法操作简便、定量准确,满足企业日常检测的要求。适用于氨唑草酮工业化生产中对其产品质量进行快速分析和质量控制。

参考文献:

- [1] 胡耐冬,刘长令.新型三唑啉酮类除草剂唑啉草酮[J].精细与专用化学品,2003(14):21-24.
- [2] 茅秦英,陈伟.氨唑草酮70%防除玉米田杂草试验报告[J].杂草科学,2007(3):52-54.

责任编辑:李新

参考文献:

- [1] 刘武成,刘长令.新型高效杀菌剂氟吗啉[J].农药,2002,41(1):8-11.
- [2] 王丽颖,刘君丽,司乃国,等.20%唑啉酯悬浮剂的配方及生物活性[J].农药,2012,51(5):355-357.
- [3] 张国生,曹友文,杨瑞秀.15%氟吗啉·唑啉酯油悬剂的配方及生物活性[J].农药,2010,49(9):650-652.

责任编辑:李新

湖北省2015年农药使用减量3.5%

近日据湖北省植保总站消息,2015年全省农药实际使用量4.9万吨,比上年减少3.5%,提前完成农药使用减量年度计划。

湖北省植保总站站长郭子平介绍,去年以来,全省植保系统通过创新病虫预报方式、集成综合防控技术、大力推广新型植保机械、建设统防统治服务平台、创建融合示范基地等措施,促进农药减量施用。

据悉,全省现拥有大中型先进高效植保机械13000多台套,日作业能力600万亩以上。省植保站已与23家农药生产企业共建22个农作物病虫专业化统防统治与绿色防控融合推进示范基地,全年共计示范182万亩,辐射带动全省绿色防控技术应用面积达1200多万亩。局地成效特别明显:当阳市水稻绿色防控示范区化学农药使用量减少20%左右,枣阳市玉米绿色防控示范区每亩投资减少30元以上,宜都市柑橘示范区化学农药使用面积减少35%。