

氨唑草酮70%水分散粒剂高效液相色谱分析方法研究

姜宜飞¹, 张爱娟², 吴进龙¹

(1.农业部农药检定所, 北京 100125; 2.山东省农药研究所, 山东 济南 250100)

Analytical Method of Amicarbazone 70% WG by HPLC

Jiang Yifei, Wu Jinlong (Institute for the Control of Agrochemicals, Ministry of Agriculture, Beijing 100125, China)

Zhang Aijuan (Shandong Pesticide Research Institute, Shandong Jinan 250100, China)

Abstract: A method for separation and quantitative analysis of amicarbazone 70% WG by HPLC with acetonitrile and water as mobile phase, ZORBAX SB-C₁₈ column and DAD at 230nm wavelength was described. The result showed that the linear correlation coefficient was 1.000 0, the standard deviation was 0.12, the variation coefficient was 0.17%, the average recovery was 100.26%.

Key words: amicarbazone; WG; HPLC; analysis

摘要: 本文采用高效液相色谱法, 以乙腈+水为流动相, 使用以ZORBAX SB-C₁₈、5μm为填料的不锈钢柱和二极阵列检测器, 在230nm波长下对氨唑草酮70%水分散粒剂进行分离和定量分析。结果表明, 该分析方法的线性相关系数为1.000 0, 标准偏差为0.12, 变异系数为0.16%, 平均回收率为100.26%。

关键词: 氨唑草酮; 水分散粒剂; 高效液相色谱; 分析

中图分类号: S482.4; O657.7*2 文献标识码: A 文章编号: 1002-5480 (2015)04-44-03

1 前言

氨唑草酮英文名称: amicarbazone, CAS号: 129909-90-6, 分子式: C₁₀H₁₉N₅O₂, 化学名称: 4-氨基-5-氧代-3-异丙基-N-叔丁基-1,2,4-三唑-1-甲酰胺^[1]。氨唑草酮属三唑啉酮类高效除草剂, 可有效防除玉米田阔叶杂草并兼除部分禾本科杂草^[2]。氨唑草酮为光合作用抑制剂, 敏感植物的典型症状为褪绿, 停止生长, 组织枯黄直至最终死亡与其它光合作用抑制剂(如三

嗪类除草剂)有交互抗性, 主要通过根系和叶面吸收^[3]。

目前国内有关氨唑草酮水分散粒剂的分析方法尚未见公开报道。本文采用高效液相色谱法, 对氨唑草酮水分散粒剂进行分析, 该方法操作简便、快速、准确, 分离效果好, 准确度和精密度均能达到定量分析的要求, 可以作为企业生产过程质量控制和质检机构分析检测的参考方法。

收稿日期: 2014-12-22

作者简介: 姜宜飞, 男, 高级工程师, 主要从事农药质量分析与管理工作。联系电话: 010-59194072。

2 试验部分

2.1 试剂和溶液 乙腈：色谱纯；超纯水：电阻率 $18.2\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$ (25°C)；氨唑草酮标样：已知质量分数99.6% (由农业部农药检定所提供)；氨唑草酮70%水分散粒剂 (由某公司提供)。

2.2 仪器高效液相色谱仪 Agilent1200，具有二极管阵列检测器和自动进样器；Agilent色谱工作站；Millipore超纯水制备系统；色谱柱：250mm \times 4.6mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C₁₈、5 μm 填充物；过滤器：滤膜孔径约0.45 μm ；超声波清洗器。

2.3 液相色谱操作条件 流动相： ψ (乙腈:水)=40:60；流量：1.0mL/min；柱温：35 $^\circ\text{C}$ ；检测波长：230nm；进样体积：5 μL ；保留时间：氨唑草酮约5.8min。

氨唑草酮70%水分散粒剂的高效液相色谱图 (图1)。

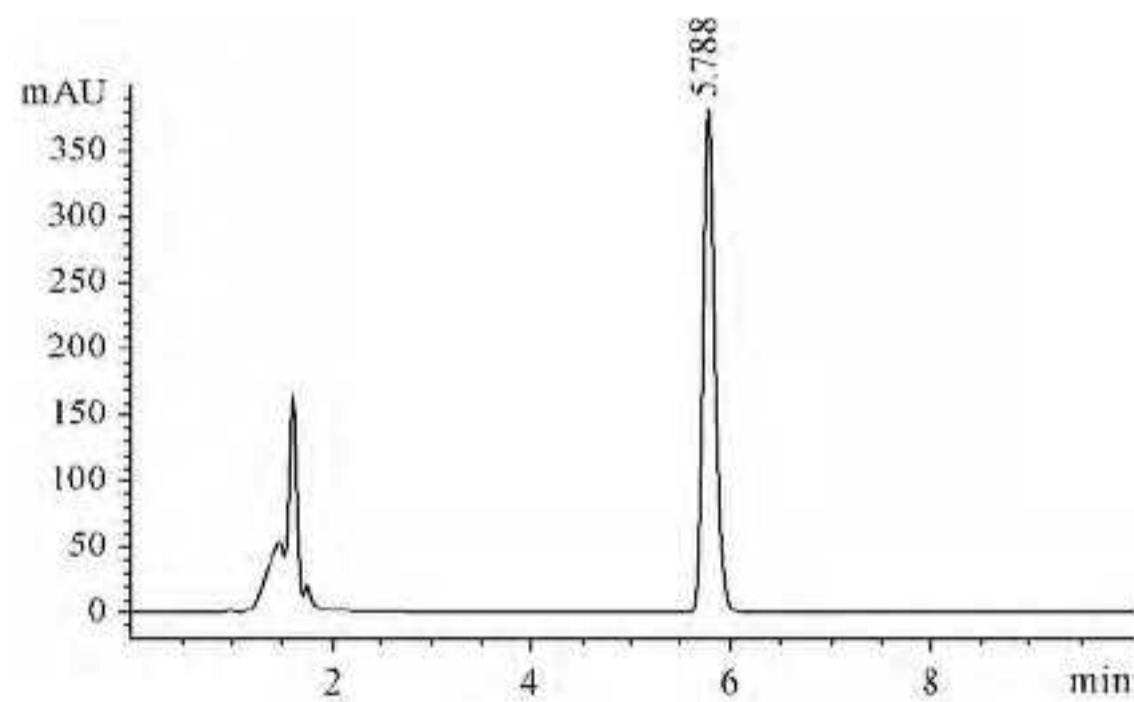


图1 氨唑草酮70%水分散粒剂高效液相色谱图

2.4 测定步骤

2.4.1 标样溶液的配制 称取氨唑草酮标样0.05g (精确至0.000 02g)，置于100mL容量瓶中，加入80mL乙腈，在超声波浴槽中振荡5min，取出冷却至室温，用乙腈稀释至刻度，摇匀。

2.4.2 试样溶液的配制 称取含氨唑草酮0.05g的试样 (精确至0.000 02g)，置于100mL容量瓶中，加入5mL水使试样分散，再加入80mL乙腈，在超声波浴槽中振荡5min，取出冷却至室温，用乙腈稀释至刻度，摇匀，过滤。

2.4.3 测定 在上述操作条件下，待仪器基线稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻2针

标样溶液的响应值相对变化 $<1.5\%$ 后，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。

2.4.4 计算 将测得的2针试样溶液以及试样前后2针标样溶液中氨唑草酮峰面积分别进行平均。试样中氨唑草酮的质量分数 ω (%)，按下式计算：

$$\omega = \frac{A_2 \times m_1 \times P}{A_1 \times m_2}$$

式中： A_1 —标样溶液中氨唑草酮峰面积的平均值；

A_2 —试样溶液中氨唑草酮峰面积的平均值；

m_1 —标样的质量，g；

m_2 —试样的质量，g；

P —标样中氨唑草酮的质量分数，%。

3 结果与讨论

3.1 色谱条件的选择 通过Agilent1200高效液相色谱仪的光谱数据采集功能，获得氨唑草酮的紫外波长扫描图 (图2)。从图中可以看到氨唑草酮在230nm处有最大的吸收，将检测波长定为230nm。

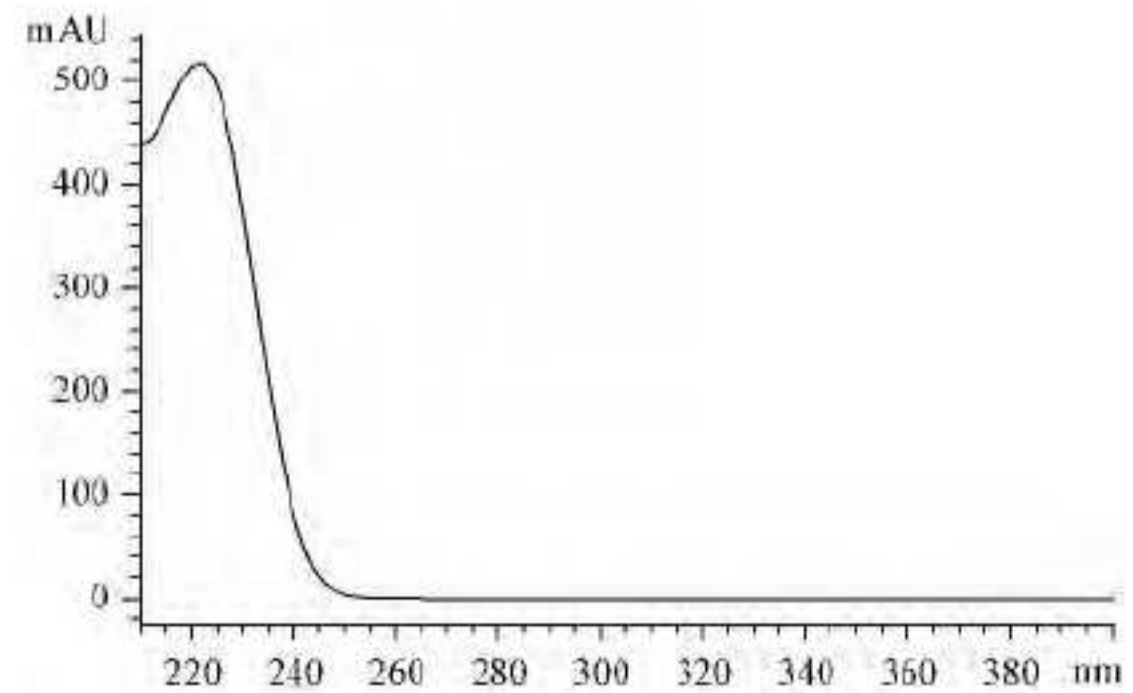


图2 氨唑草酮紫外吸收谱图

色谱柱选择常用的ZORBAX SB-C₁₈反相柱。依据氨唑草酮物化性质，用乙腈作为溶剂溶解样品，并选择乙腈和水作为流动相。将流动相按不同比例在色谱柱上进行试验，最终确定流动相为 ψ (乙腈:水溶液)=40:60，在流速1.0mL/min时，有效成分与杂质能得到很好的分离，峰形对称，基线平稳，并且分析时间较短，提高了

工作效率。

3.2 分析方法的线性相关性试验 将2.4.1中配制的标样溶液在上述色谱操作条件下进行分析,进样量分别为1、2、3、5、6 μ L,以氨唑草酮进样质量为横坐标,峰面积为纵坐标绘制标准曲线,得线性方程为 $y=1\ 351.2x+10.658$,其线性相关系数为1.000 0。

3.3 分析方法的精密度试验 从同一样品中准

确称取5个试样,在上述色谱操作条件下进行分析,测得氨唑草酮的标准偏差为0.12,变异系数为0.17% (表1)。

3.4 分析方法的准确度试验 从已知质量分数的氨唑草酮水分散粒剂 (72.19%) 中称取5个试样,分别加入一定量的氨唑草酮标样 (99.6%),在上述色谱操作条件下进行分析,测得氨唑草酮的平均回收率为100.26% (表2)。

表1 分析方法的精密度试验结果

编号	1	2	3	4	5	平均值 (%)	标准偏差	变异系数 (%)
氨唑草酮 质量分数 (%)	72.17	72.37	72.07	72.11	72.21	72.19	0.12	0.17

表2 分析方法的准确度试验结果

编号	试样称样量 (mg)	标样称样量 (mg)	理论值 (mg)	实测值 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)
1	25.40	20.02	38.28	38.26	99.95	
2	32.93	22.23	45.91	46.10	100.41	
3	29.68	21.26	42.60	42.69	100.21	100.26
4	29.09	20.23	41.15	41.15	100.00	
5	35.27	20.46	45.84	46.18	100.74	

4 结论

试验结果表明,本方法具有较高的准确度和精密度,线性关系良好,并且操作简便、快速,是进行产品质量检测较理想的分析方法。

参考文献

[1] BCPC. The e-Pesticide Manual[CP/DK]. (Version 6.0

2012-11)[2014-06-21].

[2] 茅勤英,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.

[3] 百度百科. 氨唑草酮[DB/OL]. (2013-12-25)[2014-06-21]. <http://baike.baidu.com/view/4689563.htm>.

