

甲基磺草酮的高效液相色谱分析

吴艳芳,徐家俊,李治国,张新昌,尹云吉,张淑红,林妍妍,禹文静

(山东滨州集成化工研究所, 山东 滨州 256600)

摘要: 采用高效液相色谱内标法,以乙腈和pH值3.0的磷酸水溶液(体积比60:40)为流动相,邻苯二甲酸二乙酯为内标物,使用Nowa-Pak C₁₈不锈钢柱在245 nm波长下对试样中甲基磺草酮含量进行液相色谱分离和定量分析。结果表明甲基磺草酮的线性相关系数为0.9998,标准偏差为0.032,变异系数为0.29%,回收率为99.74%。

关键词: 高效液相色谱;甲基磺草酮;内标法

中图分类号:TQ450.7 文献标志码:A 文章编号:1006-0413(2009)03-0183-02

Quantitative Analysis of Mesotrione by HPLC

WU Yan-fang, XU Jia-jun, LI Zhi-guo, ZHANG Xin-chang, YIN Yun-ji, ZHANG Shu-hong, LIN Yan-yan, YU Wen-jing

(Shandong Binzhou Institute of Ji-cheng Chemical, Binzhou 256600, Shandong, China)

Abstract: Quantitative analysis of mesotrione was conducted by HPLC using a Nowa-Pak C₁₈ column, acetonitrile and water solution of phosphoric acid (pH=3) (60:40, by *vol*) as the mobile phase, diethyl-phthalate as internal standard and UV detector at 245 nm. The results showed that the linear coefficient was 0.9998. The standard deviation was 0.032, the coefficient of variation was 0.29%, the average recovery was 99.74%.

Key words: HPLC; mesotrione; internal standard method

甲基磺草酮是Zenca农化公司开发的新三酮类除草剂,可用于玉米田苗前或苗后防除一年生阔叶杂草和若干禾本科杂草,其化学名称为2-(4-甲磺酰基-2-硝基-苯甲酰基)环己烷-1,3-二酮,国内还未见关于高效液相色谱内标法对甲基磺草酮,特别是对甲基磺草酮油悬剂的分析方法。本文使用高效液相色谱内标法,测定原药中的甲基磺草酮含量,实现了甲基磺草酮及其杂质的有效分离。操作简便,快速,结果重现性好,定量准确。

1 实验部分

1.1 试剂和溶液

乙腈:色谱纯;水:二次蒸馏水;磷酸:分析纯;邻苯二甲酸二乙酯:分析纯;甲基磺草酮标准品:已知质量分数99.0%(由德国IDH公司提供);甲基磺草酮原药:市售,由上海胜益化工有限公司提供。

1.2 仪器

仪器:日本日立公司L-2130高效液相色谱仪, L-2400紫外检测器,浙江大学智达信息工程有限公司N2000色谱工作站,色谱柱 Nowa-Pak C₁₈(10 μm 250 mm×3.9 mm)不锈钢柱,超声波清洗器,过滤器,过滤膜孔径0.45 μm。

1.3 色谱操作条件

流动相:乙腈-pH值3.0的磷酸水溶液(体积比60:40);柱温:室温;检测波长:245 nm;流动相流速:1.0 mL/min;

进样体积:10 μL;保留时间:甲基磺草酮约4.5 min,邻苯二甲酸二乙酯约8.2 min。

上述液相色谱操作条件,系典型操作参数,可根据不同仪器特点,对给定的操作参数作适当调整,以期获得最佳效果。下图为典型的甲基磺草酮和邻苯二甲酸二乙酯的高效液相色谱图。

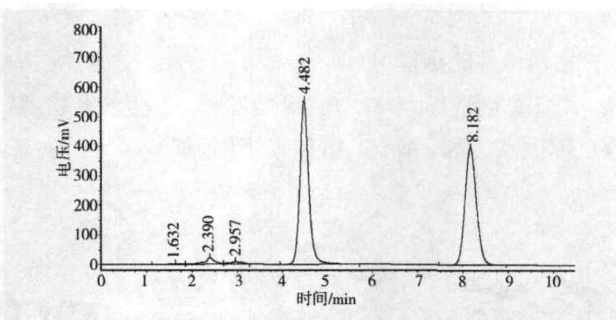


图1 甲基磺草酮试样高效液相色谱图

1.4 测定步骤

1.4.1 内标溶液的配制

称取1.3 g(精确至0.0002 g)邻苯二甲酸二乙酯于250 mL容量瓶中,用乙腈溶解并定容,摇匀备用。

1.4.2 标样溶液的配制

准确称甲基磺草酮标准品0.05 g(精确至0.0002 g)于50 mL容量瓶中,准确加入10 mL内标溶液,用乙腈溶解并定容,摇匀备用。

收稿日期:2008-09-26;修返日期:2008-11-10

作者简介:吴艳芳(1976—),山东博兴人,主要从事农药除草剂的开发及分析。Tel: 0543-3557618, E-mail: wuyanfang865@sohu.com。

1.4.3 试样溶液的配制

称含有0.05 g甲基磺草酮的样品(精确至0.0002 g)于50 mL容量瓶中,准确加入10 mL内标溶液,用乙腈溶解并定容,超声波提取10 min后过滤备用。

1.4.4 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,计算各相对响应值,待相邻2针的相对响应值变化小于1.5%时,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。

1.5 计算

将测得的2针溶液及试样前后2针标样溶液的峰面积分别进行平均,以质量分数表示的试样中有效成分按式(1)计算:

$$X_i = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot P}{r_1 \cdot m_2} \quad (1)$$

式中: r_1 为标样溶液中甲基磺草酮峰面积与内标物峰面积的比值的平均值

r_2 为试样溶液中甲基磺草酮峰面积与内标物峰面积的比值的平均值

m_1 为甲基磺草酮标样的质量(g)

m_2 为甲基磺草酮试样的质量(g)

P 为标样中甲基磺草酮质量分数(%)

1.6 允许差

2次平行测定结果所得绝对误差不大于1.5%。

2 结果与讨论

2.1 色谱条件的选择

内标物的选择,实验中试用了邻苯二甲酸二甲酯、邻苯二甲酸二乙酯、邻苯二甲酸二丁酯、邻苯二甲酸二辛

酯、邻苯二甲酸二己酯、苯甲酸甲酯等,其中邻苯二甲酸二乙酯的保留时间适中,而且能够与杂质完全分离。

波长的选择,取质量浓度为1.0 g/L的甲基磺草酮标准样品在190~400 nm波长范围内扫描,在245 nm处有较大吸收,故确定245 nm为检测波长。

2.2 线性关系测定

准确配制甲基磺草酮不同质量浓度的标准溶液(0.4、0.8、1.2、1.6、2.0 g/L)按上述色谱条件进行测定,测得相应样品的峰面积值,与其质量浓度呈良好的相关性,计算的线性回归方程为 $y=3.0472x+0.0239$,相关系数为0.9998。

2.3 方法的精密度测定

平行称取试样6份,按上述色谱条件测得甲基磺草酮标准偏差为0.032,变异系数为0.29%,可见该方法的精密度能满足定量分析要求。

2.4 方法的准确度测定

在已知含量的甲基磺草酮中加入一定数量的标准品,测得甲基磺草酮的回收率为99.74%~100.18%。

3 结论

综上所述,用本方法检测甲基磺草酮具有快速、准确、分离效果好、灵敏度高等优点,是一种较为理想的分析方法。

参考文献:

- [1] 姜欣,洪忠.磺草酮的液相色谱分析[J].农药,2001,40(7):26.
- [2] 徐妍,孔宪滨,杜微,等.30%磺草酮·乙草胺悬浮乳剂高效液相色谱分析[J].农药,2004,43(3):118-119.
- [3] 徐妍,杜微.25%磺草酮·2甲4氯高效液相色谱分析[J].农药,2006,45(5):329-330.

责任编辑:李新



吡 唑 甘 氨酸

山东省高瑞化工有限公司

地址:山东省淄博市临淄区齐鲁化学工业区南山工业园
 总经理:张华奎 13905333280
 联系人:于金霞 13853323812
 电话 0533-7580611
 传真 0533-7580336