

硝磺草酮原药高效液相色谱分析方法研究

王小丽, 陈铁春, 李友顺, 姜宜飞

(农业部农药检定所, 北京 100125)

Analytical Method for Mesotrione TC by HPLC

Wang Xiaoli, Chen Tiechun, Li Youshun, Jiang Yifei (Institute for the Control of Agrochemicals, Ministry of Agriculture, Beijing 100125, China)

Abstract: A method for the determination of mesotrione TC by HPLC with methanol and phosphate acid as mobile phase, ZORBAX EXTEND C₁₈ column and DAD detector at 270 nm was introduced. The results showed that the linear correlation coefficient was 0.999 9, the standard deviation was 0.51, the variation coefficient was 0.52%, the average recovery was 98.58% respectively.

Key words: mesotrione; HPLC; analysis

摘要: 本文采用高效液相色谱法, 以甲醇+磷酸水溶液为流动相, 使用 ZORBAX EXTEND C₁₈、5μm 为填料的不锈钢柱和二极阵列检测器, 检测波长 270nm。结果表明, 该方法测得硝磺草酮的标准偏差为 0.51, 变异系数为 0.52%, 线性相关系数为 0.999 9, 平均回收率为 98.58%。

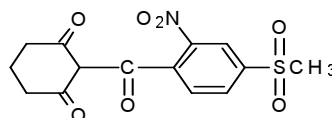
关键词: 硝磺草酮; 高效液相色谱; 分析

中图分类号: S482.4; O657.7*2 文献标识码: A 文章编号: 1002-5480 (2009) 06-44-03

1 前言

硝磺草酮是瑞士先正达作物保护有限公司开发的一种三酮类的芽前和苗后广谱选择性除草剂, 能够抑制羟基苯基丙酮酸酯双氧化酶 (HPPD), 可有效防治主要的阔叶草和一些禾本科杂草。硝磺草酮容易在植物木质部和韧皮部传导, 具有触杀作用和持效性。

硝磺草酮原药外观为淡茶色至沙色不透明固体, 熔点 148.7~152.5℃, 同时开始分解。水中溶解度 (20℃) 为 0.16mg/mL; 有机溶剂中溶解度 (g/L): 二甲苯中 1.4, 甲苯中 2.7, 甲醇中 3.6, 丙酮中 76.4, 二氯甲烷中 82.7, 乙腈中 96.1。其化学名称为 2- [(4-甲磺酰基)-2-硝基苯基] 环己烷-1, 3-二酮; 结构式:



目前硝磺草酮原药的分析方法未见公开报道。本文研究了硝磺草酮质量分数的分析方法, 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。

2 试验部分

2.1 试剂和溶液 甲醇: 色谱纯; 水: 新蒸二次蒸馏水; 磷酸: 分析纯; 硝磺草酮标样: 已知质量分数, 96.2% (农业部农药检定所); 硝磺草酮原药 (某公司)。

2.2 仪器 高效液相色谱仪: Agilent 1100, 具有二极管阵列检测器和自动进样器; Agilent

1100 色谱工作站; Millipore 超纯水制备系统; 色谱柱: 250mm×4.6mm (id) 不锈钢柱, 内装 ZORBAX EXTEND C₁₈、5μm 填充物。

2.3 高效液相色谱操作条件 流动相: 甲醇: 0.05% 磷酸水溶液 = 55:45 (V/V); 流量: 1.0mL/min; 柱温: 30℃; 检测波长: 270nm; 进样体积: 1μL; 保留时间: 硝磺草酮约 4.1min。

上述操作条件系典型操作参数, 可根据不同仪器特点, 对给定的操作条件作适当调整, 以获得最佳效果。硝磺草酮标样高效液相色谱图 (图 1), 典型的硝磺草酮原药高效液相色谱图 (图 2)。

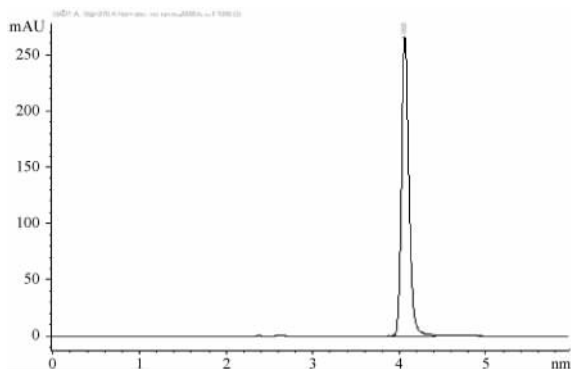


图 1 硝磺草酮标样高效液相色谱图

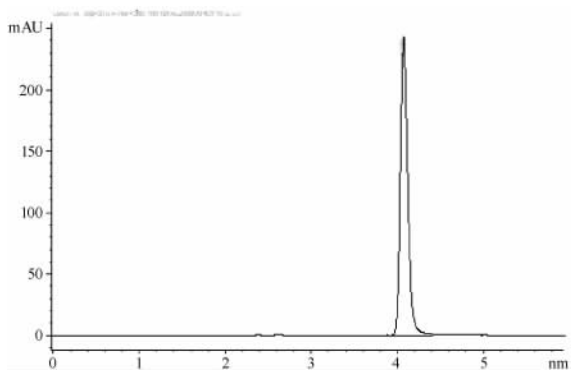


图 2 硝磺草酮原药高效液相色谱图

2.4 测定步骤

2.4.1 标样溶液的配制 称取硝磺草酮标样约 50mg (精确至 0.1mg), 置于 100mL 容量瓶中, 用甲醇溶解, 超声 5min, 冷却至室温后用甲醇稀释至刻度, 摇匀备用。

2.4.2 试样溶液的配制 称取含硝磺草酮 50mg 的试样 (精确至 0.1mg), 置于 100mL 容量

瓶中, 用甲醇溶解, 超声 5min, 冷却至室温后用甲醇稀释至刻度, 摇匀备用。

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 < 1.0% 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 针标样溶液中硝磺草酮峰面积分别进行平均。试样中硝磺草酮的质量分数 X (%), 按式 (1) 计算。

$$X = \frac{A_2 \cdot M_1 \cdot P}{A_1 \cdot M_2} \quad (1)$$

式中: A_1 —标样溶液中硝磺草酮峰面积的平均值;

A_2 —试样溶液中硝磺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 —标样中硝磺草酮的质量分数, %。

3 结果与讨论

3.1 色谱条件的选择 检测波长的选择: 采用 DAD 检测器对硝磺草酮标样溶液进行波长扫描 (图 3)。从图中可以看出硝磺草酮在 270nm 附近有最大吸收, 故选择 270nm 为检测波长。

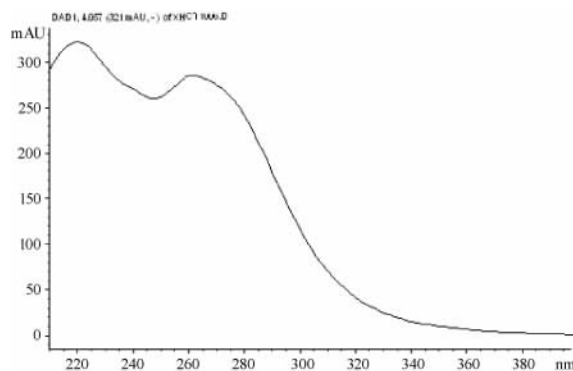


图 3 硝磺草酮紫外吸收曲线

流动相的选择: 根据化合物的特点, 选择甲醇作为溶剂。对甲醇和水按不同比例, 在色谱柱上进行选择比较。为了得到更好的分离效果, 在流动相中加入磷酸。经测定, 选择甲醇:

0.05%磷酸水溶液=55:45 (V/V) 为流动相, 流速选择 1.0mL/min 时, 有效成分与杂质能得到很好的分离, 并且分析时间较短。

3.2 分析方法的线性相关性试验 准确称取硝磺草酮标样 115.72mg (精确至 0.1mg) 置于 100mL 容量瓶中, 用甲醇溶解, 超声 5min, 冷却至室温后用甲醇稀释至刻度, 摇匀。分别移

取上述溶液 5、5、25、25mL, 置于 100、50、100、50mL 4 个容量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀。在上述色谱条件下进行分析, 以硝磺草酮浓度为横坐标, 峰面积为纵坐标绘制标准曲线。硝磺草酮线性方程为 $y=2\ 768.9x+7.855$, 线性相关系数为 0.999 9。线性相关性测定结果 (表1、图 4)。

表 1 分析方法的线性相关性试验结果

编号	1	2	3	4	5
硝磺草酮浓度 (mg/mL)	0.055 7	0.111 3	0.278 3	0.556 6	1.113 2
硝磺草酮峰面积	167.95	305.59	769.05	1 570.78	3 082.56

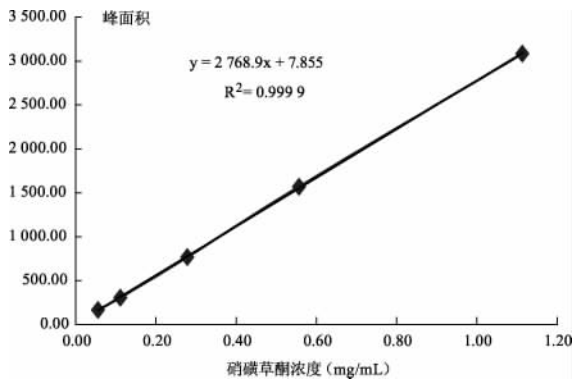


图 4 硝磺草酮线性关系图

3.3 分析方法的精密度试验 称取同一批次的 5 个硝磺草酮原药试样, 在上述的色谱条件下进行分析, 测得硝磺草酮的标准偏差为 0.51, 变

异系数为 0.52% (表 2)。

3.4 分析方法的准确度试验 称取 5 份已知含量的试样, 分别准确加入 5mL 表 1 中的 4 号标样溶液, 在上述色谱操作条件下进行分析, 测得硝磺草酮的平均回收率为 98.58% (表 3)。

4 结论

结果表明, 本文建立的分析方法测定硝磺草酮原药含量, 准确和精密度较高, 线性关系良好, 快速、简便, 是一种可行的分析方法。

参考文献

- 1 新农. 硝磺草酮. 农药科学与管理, 2008, 29 (1): 58

表 2 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 (%)
硝磺草酮质量分数 (%)	97.49	96.47	96.60	97.46	96.57	96.92	0.51	0.52

表 3 分析方法的准确度试验结果

编号	理论值 (mg)	实际值 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)
1	50.09	51.08	98.06	98.58
2	55.29	55.46	99.69	
3	48.19	48.85	98.65	
4	48.48	49.31	98.32	
5	51.09	52.05	98.16	