

苯唑草酮原药高效液相色谱 谱分析方法研究

姜宜飞, 薄 瑞, 于 荣

(农业部农药检定所, 北京 100125)

Analytical Method for Determination of Topramezone TC by HPLC

Jiang Yifei, Bo Rui, Yu Rong (Institute for the Control of Agrochemicals, Ministry of Agriculture, Beijing 100125)

Abstract: A method for separation and quantitative analysis of topramezone TC by HPLC with methanol and $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ solution as mobile phase, ZORBAX Extend- C_{18} column and DAD at 255nm wavelength was described. The results showed that the linear correlation coefficient was 0.999 5, the standard deviation was 0.22, the variation coefficient was 0.22%, the average recovery was 99.9%.

Key words: topramezone; TC; HPLC; analysis

摘 要: 本文采用高效液相色谱法, 以甲醇+乙酸铵溶液为流动相, 使用以ZORBAX Extend- C_{18} 、 $5\mu\text{m}$ 为填料的不锈钢柱和二极阵列检测器, 在255nm波长下对苯唑草酮原药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0.999 5; 标准偏差为0.22; 变异系数为0.22%; 平均回收率为99.9%。

关键词: 苯唑草酮; 原药; 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 (2012) 01-39-03

1 前言

苯唑草酮英文名称: topramezone, CAS号: 210631-68-8, 分子式: $\text{C}_{16}\text{H}_{17}\text{N}_3\text{O}_5\text{S}$, 化学名称: [3-(4,5-二氢-3-异噁唑基)-4-甲基磺酰-2-甲基苯] 5-羟基-1-甲基-1H-吡唑-4-基) 甲酮。苯唑草酮属吡唑啉酮类除草剂, 是羟基苯基丙酮酸酯双氧化酶抑制剂, 能有效防除玉米地一年生禾本科和阔叶杂草, 包括已经对ALS和三嗪类除草剂产生抗性的阔叶杂草, 能和许多除草剂混用^[1-3]。

目前苯唑草酮具体的分析方法未见报道。

本文采用高效液相色谱法, 对苯唑草酮原药进行分析, 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质量检测的参考方法。

2 试验部分

2.1 试剂和溶液 甲醇: 色谱纯; 水: 新蒸2次蒸馏水; 乙酸铵: 分析纯; 乙酸铵溶液: 称取1.25g乙酸铵, 溶于1 000mL2次蒸馏水中; 苯唑

收稿日期: 2011-06-27

作者简介: 姜宜飞(1978-), 男, 山东威海人, 工程师, 主要从事农药分析方面的工作。联系电话: 010-59194072。

草酮标样：已知质量分数，≥99.0%（由农业部农药检定所提供）；苯唑草酮原药（由某公司提供）。

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

2.3 液相色谱操作条件 流动相：ψ（甲醇：乙酸铵溶液）=20:80；流量：1.0mL/min；柱温：30℃；检测波长：255nm；进样体积：5μL；保留时间：苯唑草酮约4.0min。

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。典型的苯唑草酮标样和原药的高效液相色谱图（图1、2）。

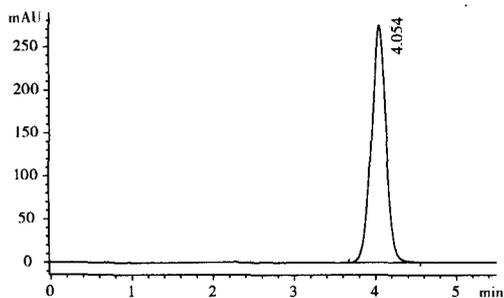


图1 苯唑草酮标样高效液相色谱图

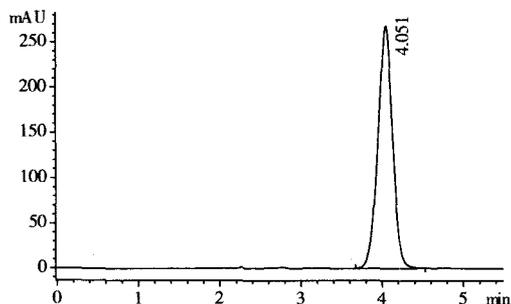


图2 苯唑草酮原药高效液相色谱图

2.4 测定步骤

2.4.1 标样溶液的配制 称取苯唑草酮标样0.05g（精确至0.000 02g），置于100mL容量瓶中，用流动相溶解并稀释至刻度，摇匀。

2.4.2 试样溶液的配制 称取含苯唑草酮0.05g的试样（精确至0.000 02g），置于100mL容量瓶

中，用流动相溶解并稀释至刻度，摇匀。

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针标样溶液中苯唑草酮峰面积分别进行平均。试样中苯唑草酮的质量分数ω（%），按式（1）计算：

$$\omega = \frac{A_2 \times m_1 \times P}{A_1 \times m_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

A₁—— 标样溶液中苯唑草酮峰面积的平均值；

A₂—— 试样溶液中苯唑草酮峰面积的平均值；

m₁—— 标样的质量，g；

m₂—— 试样的质量，g；

P—— 标样中苯唑草酮的质量分数，%。

3 结果与讨论

3.1 色谱条件的选择 通过Agilent 1100高效液相色谱仪的光谱数据采集功能，获得苯唑草酮的紫外波长扫描图（图3）。从图中可以看到苯唑草酮最大吸收波长在205nm附近，在255nm处也有较大的吸收，为了减少溶剂的干扰，将检测波长定为255nm。

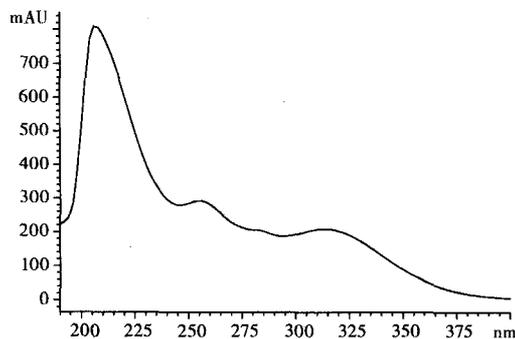


图3 苯唑草酮紫外吸收谱图

色谱柱选择常用的反相填料ZORBAX Extend-C₁₈柱。依据苯唑草酮物化性质，选择甲醇和水作为流动相，并用流动相作为溶剂溶解

样品,为了得到更好的分离效果和峰形,在1000mL水里加入1.25g乙酸铵。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(甲醇:乙酸铵溶液)=20:80,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、3、5、10、15μL,以苯唑草酮质量为横坐标,峰面积为纵坐标绘制标准曲线,得线性方程为 $y=1\ 335.48x-45.09$,其线性相关系数为0.999 5(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
苯唑草酮质量(μg)	0.50	1.50	2.50	5.00	7.50
苯唑草酮峰面积	610.432 15	1 862.251 24	3 381.120 45	6 721.654 12	9 902.302 45

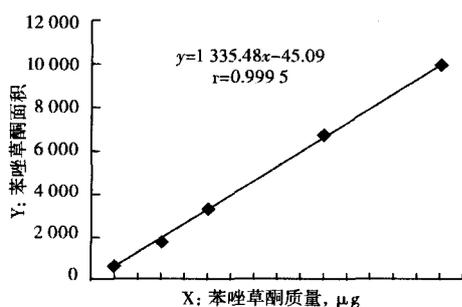


图4 苯唑草酮线性关系图

3.3 分析方法的精密度试验 从同一产品中准确称取5个试样,在上述色谱操作条件下进行分析,测得苯唑草酮的标准偏差为0.22,变异系数为0.22%(表2)。

3.4 分析方法的准确度试验 称取5份一定量的试样,分别准确加入10mL2.4.1中配制的标样溶液,在上述色谱操作条件下进行分析,测得苯唑草酮的平均回收率为99.9%(表3)。

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(%)
苯唑草酮质量分数(%)	98.02	98.25	97.66	97.82	97.89	97.93	0.22	0.22

表3 分析方法的准确度试验结果

编号	理论值(mg)	实测值(mg)	回收率(%)	平均回收率(%)
1	51.01	50.55	99.10	99.9
2	50.32	50.19	99.74	
3	49.11	48.91	99.59	
4	48.89	49.43	101.10	
5	49.11	49.06	99.90	

4 结论

试验结果表明,本方法的准确度和精密度较高,线性关系良好,具有简便、快速、准确及分离效果好的优点,是一种可行的分析方法。

参考文献

1 C D S Tomlin. The e-Pesticide Manual [CP/DK]. (Version 5.0 2009-2010)[2011-01-30].

2 中国农药信息网. 苯唑草酮[DB/OL]. 北京:中华人民共和国农业部农药检定所 [2011-01-30]. <http://www.chinapesticide.gov.cn/service/zhcx/vip-tymc-yxcf.asp?aiid=HEBBT>.
3 百度文库. 巴斯夫新型玉米田除草剂-苯唑草酮[DB/OL]. (2010-12-27)[2011-01-30]. <http://wenku.baidu.com/view/c10fd888680203d8ce2f24ec.html>.