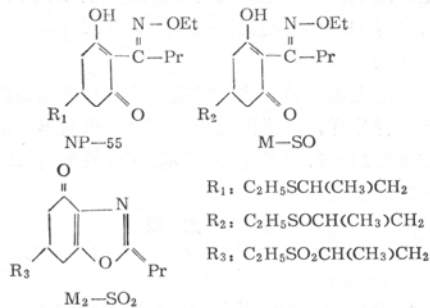


高效液相色谱分析稀禾定及其降解产物

孙伟之 范志先

(吉林农业大学)

稀禾定是阔叶作物田中防除单子叶杂草的高效除草剂。通用名称 sethoxydim, 试验代号 NP-55。NP-55 在自然环境中很不稳定, 其中两种主要降解产物为 M-SO、M₂-SO₂, 它们的分子结构式如下:



至今未见有关液相色谱测定 NP-55、M-SO、M₂-SO₂ 报道, 我们选用液固吸附色谱法对其进行分离测定, 获得满意的结果。

一、试验部分

1. 仪器 Waters 系列高效液相色谱仪 M-510 泵 (两台)

M-680 自动梯度控制器

M-490 紫外分光光度检测器

M-730 数据处理机

U-6K 手动进样器

Waters 10 微升进样器

2. 试剂

二氯甲烷、甲醇为优级纯

标准品: NP-55 (99.33%)、M-SO (分析纯)、M₂-SO₂ (98.09%) 均由日本曹达公司提供

3. 分析条件

色谱柱为 300 × 3.9 毫米 Waters μ-porasil, 检测器为 254 纳米, ABS 0.05; 流动相为 1 ~ 5% 甲醇/二氯甲烷; 柱温为室温; 流动相用真空法除气。

三种化合物单独分离时, 溶剂氯仿没有干扰, 但混合分离时氯仿峰位于 NP-55 和 M₂-SO₂ 之间, 达不到分离目的。为此我们采用流动相为溶剂。但由于 M₂-SO₂ 在流动相中溶解度低, 故可先用氯仿配制高浓度标样, 然后再用流动相稀释至需要的浓度。

4. 标准溶液的配制

(1) 分别配制含 NP-55、M-SO、M₂-SO₂ 标准品为 1~20 微克/毫升的氯仿标准溶液。

(2) 配制含 NP-55、M-SO、M₂-SO₂ 标准品为 1~20 微克/毫升的 4% 甲醇-二氯甲烷混合标准溶液。

5. 测定

设定需要的全部参数、待基线稳定后依次进样 NP-55、M-SO、M₂-SO₂ 及混合标准溶液。进样量 10 微升/次, 每一标准品共测定八次。由于使用了 M-730 型数据处理机, 建立工作曲线后, 每次进样的浓度值都能自动打印出来。NP-55、M-SO、M₂-SO₂ 的色谱图见图 1、图 2。

结果与讨论

1. 准确度、精密度

根据八次测定结果, 平均值统计见表 1。

2. 线性范围与检测限

测定结果和计算结果见表 2。

从表可以看出, 单独测定的线性范围、检出极限均优于混合测定。混合测定时, 当甲醇

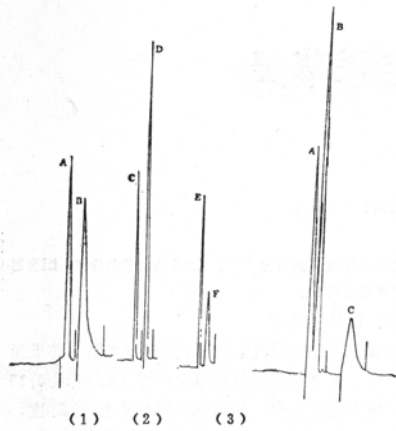


图1 单独分离色谱图 图2 混合分离色谱图
 流动相(甲醇-二氯甲烷) 流动相: 4% 甲醇-二氯甲烷
 流速(毫升/分) 流速: 1 毫升/分
 (1) 1% 1 A. 稀禾定, B. M₂-SO₂
 (2) 2% 2 C. M-SO
 (3) 5% 2
 A. C.E均为三氯甲烷, D.M₂-SO₂
 B. 稀禾定 F. M-SO

NP-55、M-SO、M₂-SO₂测定统计表 表1

化合物	真值 (ppm)	测定均值		相对误差 (±%)		标准偏差		变异系数 (%)	
		单	混	单	混	单	混	单	混
NP-55	10.000	9.998	9.995	2.72	1.63	0.73	0.18	3.68	1.87
M-SO	10.000	9.996	10.002	1.36	2.59	0.17	0.42	1.73	4.20
M ₂ -SO ₂	10.000	10.000	10.008	1.40	0.32	0.16	0.20	1.59	2.02

线性关系和检测限表 表2

化合物	线性关系		检测限(微克)	
	单	混	单	混
NP-55	2 × 10 ²	1 × 10 ²	5	10
M-SO	2 × 10 ²	5 × 10	5	50
M ₂ -SO ₂	4 × 10 ²	2 × 10 ²	2	5

比例超过5%时, NP-55与M₂-SO₂分离不开, 但降低甲醇比例后, M-SO出峰时间则滞后, 峰面积减少并拖尾, 定量误差较大。

3. 混合测定时没有采用梯度洗脱, 其原因是洗脱剂有杂质, 洗脱时出现干扰峰。再者柱重新平衡时间长, 恒流只需要6分钟全部流出。

4. 本方法适用NP-55乳油含量检验, 及NP-55、M-SO、M₂-SO₂在作物、环境中代谢过程的检测等。

参 考 文 献

- [1] 成都科技大学分析化学教研室编《分析化学手册》, 第四分册 下册418~446页 化学工业出版社, 1984年
- [2] Analytical Method for NP-55 Residues in Sugar Beet, Nippon Soda Co., Ltd. (1981)

收稿日期: 1986.4.24