

◆ 农药分析 ◆

氟草隆原药的高效液相色谱分析

陈杰, 沈建

(江苏快达农化股份有限公司, 江苏如东 226401)

摘要: 采用高效液相色谱法, 以甲醇溶液为流动相, 使用以 SHIMADZU VP - ODS 为填料的不锈钢柱和紫外吸收检测器, 在 242 nm 波长下对试样进行分离和定量分析。结果表明, 氟草隆的线性相关系数为 0.999 9; 标准偏差为 0.22; 变异系数为 0.23%; 平均回收率为 99.67%。

关键词: 氟草隆; 高效液相色谱; 分析

中图分类号: TQ 450.7 文献标识码: A doi: 10.3969/j.issn.1671-5284.2010.05.011

Analysis of Fluometuron by HPLC

CHEN Jie, SHEN Jian

(Jiangsu Kuaida Agrochemical Co., Ltd., Jiangsu Rudong 226401, China)

Abstract: A method for separation and quantitative analysis of fluometuron by HPLC with methanol and water as mobil phase, SHIMADZU VP - ODS column and UVD at 242 nm wavelength was described. The results showed that the linear correlation coefficient was 0.999 9, the standard deviation was 0.22, the coefficient of variation was 0.23%, the average recovery was 99.67%.

Key words: fluometuron; HPLC; analysis

氟草隆 (fluometuron) 化学名称为 1,1-二甲基-3-(3-三氟甲基苯基)脲^[1], 属取代脲类选择性除草剂。主要用于防除甘蔗、棉花田中一年生单、双子叶杂草。氟草隆具有高效、低毒等特点^[2]。目前氟草隆原药具体的分析方法未见报道。本文采用高效液相色谱法, 对试样中氟草隆进行定量分析。该方法操作简便、快速、准确, 分离效果好, 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。

1 试验部分

1.1 试剂

甲醇: 色谱纯; 水: 新蒸二次蒸馏水。

氟草隆标样: 已知质量分数, 99.9% (迪马科技公司);

氟草隆原药: 江苏快达农化股份有限公司提供。

1.2 仪器

高效液相色谱仪: SHIMADZU LC - 10AT VP

plus, 紫外检测器: SPD - 10A VP, 进样器: 7725i, 定量进样管: 5 μ L;

色谱工作站: 浙江大学N2000;

色谱柱: 150 mm \times 4.6 mm (i.d.) \times 5 μ m 不锈钢柱, 内装 SHIMADZU VP - ODS 填充物;

过滤器: 滤膜孔径约 0.45 μ m; 微量进样器: 50 μ L。

超纯水制备系统: Millipore;

超声波清洗器: 昆山市超声仪器有限公司 KQ5200型;

分光光度计: SHIMADZU UV - 1240。

1.3 液相色谱操作条件

流动相: 甲醇溶液, 体积分数 φ (甲醇) = 60%, 经滤膜过滤, 并进行脱气; 流量: 1.0 mL/min; 柱温: 室温 (温度变化不大于 2 $^{\circ}$ C); 检测波长: 242 nm; 进样体积: 25 μ L; 保留时间: 氟草隆约 5.2 min。

上述操作参数是典型的, 可根据不同仪器特点, 对给定操作参数作适当调整, 以期获得最佳效果 (见图1)。

收稿日期: 2010 - 07 - 05

作者简介: 陈杰 (1966—), 男, 江苏省如东县人, 工程师, 主要从事农药药证管理及农药标准化工作。Tel: 0513-84415518

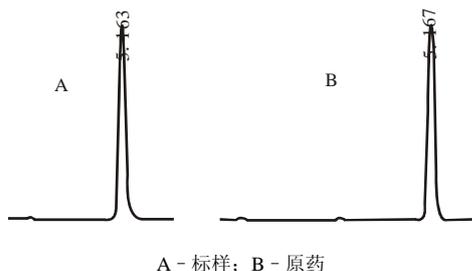


图1 氟草隆标样及原药高效液相色谱图

1.4 测定步骤

1.4.1 标样溶液的配制

称取氟草隆标样约50 mg, 精确到0.2 mg, 置于100 mL容量瓶中, 甲醇超声溶解, 定容。

1.4.2 试样溶液的配制

称取含氟草隆约50 mg试样, 精确到0.2 mg, 置于100 mL容量瓶中, 甲醇超声溶解, 定容。

1.4.3 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, 计算各针相对响应值, 待相邻两针的相对响应值变化小于1.5%, 按标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

1.4.4 计算

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中氟草隆峰面积分别进行平均。氟草隆质量分数以 w 计, 数值以%表示, 按下式计算:

$$w(\%) = \frac{A_2 \times m_1 \times P}{A_1 \times m_2} \times 100$$

式中: A_1 —标样溶液中, 氟草隆峰面积的平均值; A_2 —试样溶液中, 氟草隆峰面积的平均值; m_1 —氟草隆标样质量的数值, g; m_2 —试样质量的数值, g; P —标样中氟草隆的质量分数, %。

2 结果与讨论

2.1 色谱条件的选择

检测波长的确定: 氟草隆标样溶于甲醇, 配制成浓度约 50 $\mu\text{g/mL}$ 的溶液, 用分光光度计, 测定不同紫外波长下的吸光度, 以波长为横坐标, 吸光度为纵坐标, 得紫外吸收光谱图 (见图2), 从图中可以看出, 氟草隆从波长 200 nm~260 nm 之间都有较大的吸收, 最大吸收波长为 242 nm。

色谱柱选择常用的反相填料SHIMADZU VP-ODS柱。依据氟草隆物化性质, 选择甲醇作为溶剂溶解样品。流动相的选择是根据化合物的特点, 对甲醇

和水按不同比例, 在色谱柱上进行选择比较。经测定, 选择甲醇溶液, 体积分数60%, 流量为1.0 mL/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。

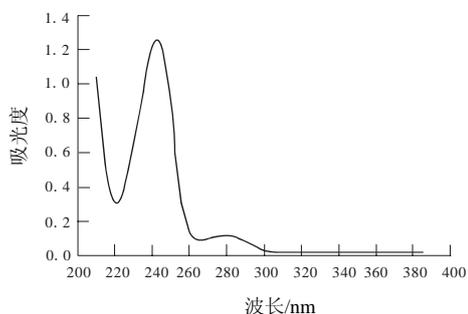


图2 氟草隆的紫外吸收谱图

2.2 分析方法的线性相关性试验

准确称取氟草隆标样250 mg, 称准至0.2 mg, 于250 mL容量瓶中, 用甲醇超声溶解、定容。分别移取10 mL、20 mL、25 mL、30 mL、40 mL此标样溶液于5个50 mL容量瓶中, 配成相应浓度的试样, 在上述色谱操作条件下进行分析, 得到一组数据, 反映出浓度与峰面积的对应关系, 详见图3。

以氟草隆峰面积为纵坐标, 氟草隆浓度为横坐标, 绘制标准曲线。氟草隆回归曲线方程 $Y = 12\ 707.30 X + 1\ 251.25$; 相关系数为0.9999。

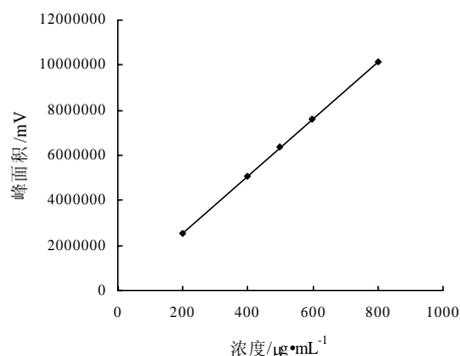


图3 氟草隆线性关系图

2.3 分析方法的精密度试验

从同一产品中准确称取6个试样, 在上述色谱操作条件下进行分析, 测得氟草隆的标准偏差为0.22, 变异系数为0.23%, 详见表1。

2.4 方法的准确度

在已知质量分数的氟草隆样品中, 添加一定量的标样, 在上述色谱操作条件下进行分析, 测得氟草隆的平均回收率为99.67%, 详见表2。

(下转第56页)

表1 异菌脲对烟草赤星病菌丝生长的抑制效果

药剂浓度/ μg·mL ⁻¹	异菌脲						菌核净					
	抑制 率/%	毒力回归方程/ y=a+b·x	相关 系数/r	斜率的标 准误差 SE(B)	EC ₅₀ / μg·mL ⁻¹	EC ₅₀ 95% 置信区间	抑制 率/%	毒力回归方程/ y=a+b·x	相关 系数/r	斜率的标 准误差 SE(B)	EC ₅₀ / μg·mL ⁻¹	EC ₅₀ 95% 置信区间
10.000 0	100.00						93.16					
5.000 0	90.23						90.23					
2.500 0	77.20	y=5.198 4+	0.99	0.367 1	0.714 7	0.456 1~ 1.035 6	67.42	y=4.864 4+	0.99	0.294 2	1.170 4	1.001 9~ 1.373 6
1.250 0	60.59	1.360 4 x					54.72	1.578 8 x				
0.625 0	45.60						35.50					
0.312 5	33.55						16.94					

2.3 各网点小区试验结果

2.3.1 安全性

各网点试验小区试验浓度范围内均未发生药害,说明50%异菌脲WP对烟草供试品种均是安全的。

2.3.2 药效

50%异菌脲WP随剂量增加防效相应提高。有效成分用量375 g/hm²处理在5个点的防效结果中,1个点高于对照、2个点低于对照、2个点基本相当;异菌脲562.5 g/hm²、750 g/hm²处理的防效均高于对照药剂的防效,且达到显著水平,见表2。

表2 50%异菌脲WP防治烟草赤星病效果 (2009年度)

药剂名称	用药量 (有效成分)	平均防效/%				
		青岛	许昌	玉溪	南雄	贵阳
50%异菌脲 WP	375.0 g/hm ²	69.37	67.49	61.52	76.55	58.28
	562.5 g/hm ²	75.68	86.75	80.67	86.52	65.34
	750.0 g/hm ²	84.72	90.33	91.22	92.67	74.53
40%菌核净 WP	600.0 g/hm ²	70.40	75.17	76.18	71.73	59.86

(上接第42页)

3 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。

表1 分析方法的精密度试验结果

序号	质量分数/%	平均值/%	标准偏差	变异系数/%
1	98.52			
2	98.23			
3	98.81	98.54	0.22	0.23
4	98.20			
5	98.85			
6	98.71			

3 结论

异菌脲对室内烟草赤星病菌丝具有较强的抑制作用,毒力指数EC₅₀为0.714 7 μg/mL,与菌核净相比,相对毒力指数SR₅₀值为150。

50%异菌脲WP在室内和小区试验条件下,在试验浓度内对烟草均表现安全,对烟草生长没有任何影响。

50%异菌脲WP对烟草赤星病具有较强的抑制作用,对烟草防止赤星病侵入具有保护作用。50%异菌脲WP用药量有效成分375 g/hm²与对照药剂40%菌核净WP用药量有效成分600 g/hm²防效相当。50%异菌脲WP用药量有效成分562.5 g/hm²、750 g/hm²的防效均高于对照药剂。

50%异菌脲WP防治烟草赤星病,防治适期为发病初期,用药量为有效成分375~562.5 g/hm²,对水量600~750 kg/hm²,均匀喷雾植株正反面,根据病情指数确定施药次数,一般为2~3次,施药间隔期为7~10 d。

表2 分析方法的准确度试验结果

序号	理论值/mg	实测值/mg	回收率/%	平均回收率/%
1	52.13	51.74	99.25	
2	50.28	49.61	98.67	
3	48.98	49.19	100.42	99.67
4	51.12	51.05	99.87	
5	49.65	49.71	100.13	

参考文献

- [1] GB 4839 - 2009, 农药中文通用名称 [S].
- [2] 刘长令. 世界农药大全 (除草剂卷) [M]. 北京: 化学工业出版社, 2002: 387 - 388.