

38% 氟磺胺·咪唑烟·异噁松微乳剂高效液相色谱分析方法

贺红周¹, 赵永辉²

(1. 重庆市农药检定所, 重庆 400020; 2. 农业部农药检定所, 北京 100026)

Analysis for Fomesafen+Imazethapyr+Clomazone ME by HPLC

He Hongzhou (Institute for the Control of Agrochemicals, of Chongqing 400020)

Zhao Yonghui (Institute for the Control of Agrochemicals, the Ministry of Agriculture, Beijing 100026)

Abstract: A HPLC method was developed for the determination of fomesafen, imazethapyr and clomazone mixture. The results showed that the variation coefficients of fomesafen, imazethapyr and clomazone were 0.466%, 0.819%, 0.690%. The standard deviations were 0.075, 0.033, 0.168, The average recoveries were 100.54%, 101.30%, 101.08, and the linear correlations were 1.000 00, 0.999 99, 0.999 99 respectively.

Key words: fomesafen; imazethapyr; clomazone; HPLC

摘要: 本文建立了在同一液相色谱操作条件下测定混配制剂中氟磺胺草醚、咪唑乙烟酸和异噁草松含量的方法。本方法采用 ZORBAX C₁₈ 不锈钢柱, 以甲醇+乙腈+水 (pH=3) 为流动相, 在检测波长 205nm 下, 外标法对试样中的氟磺胺草醚、咪唑乙烟酸和异噁草松进行定量分析。分析结果表明氟磺胺草醚、咪唑乙烟酸和异噁草松的线性相关系数分别为 1.000 00、0.999 99、0.999 99; 标准偏差分别为 0.075、0.033、0.168; 变异系数分别为 0.466%、0.819%、0.690%; 平均回收率分别为 100.54%、101.30%、101.08%。

关键词: 氟磺胺草醚; 咪唑乙烟酸; 异噁草松; 高效液相色谱

中图分类号: S483.4; O657.7*2 文献标识码: A 文章编号: 1002-5480(2005)05-01-04

1 前言

氟磺胺草醚·咪唑乙烟酸·异噁草松混配制剂是一种兼具 3 种不同除草机理^[1], 对大豆安全的广谱、高效除草剂 (试验中)。通常氟磺胺草醚和咪唑乙烟酸采用液相色谱法测定, 异噁草松采用气相色谱法测定。关于三者混配制剂的同柱分析方法, 目前尚未见报道。本文建立了在同一液相色谱操作条件下测定氟磺胺草醚、咪唑乙烟酸和异噁草松含量的方法, 以期提高效率。试验结果表明, 该方法操作简便, 分离效果好, 准确度和精密度均能达到定量分析的要求。

收稿日期: 2005-01-20

2 试验部分

2.1 试剂和溶液 甲醇: 色谱纯; 乙腈: 色谱纯; 二次蒸馏水; 85%磷酸; 氟磺胺草醚标样: 已知含量, 98.5%; 咪唑乙烟酸标样: 已知含量, 99.5%; 异噁草松标样: 已知含量, 99.6%, 标准品均由 [国家农药质检中心 (北京) 提供], 38%氟磺胺·咪唑烟·异噁松微乳剂 (山东先达化工有限公司提供, 试验中)。

2.2 仪器 高效液相色谱仪: Agilent 1100, 带 DAD 检测器、自动进样器和化学工作站; Millipore 超纯水制备系统; 色谱柱: ZORBAX C₁₈ (250mm×4.6mm, 5 μm) 不锈钢柱; 电子天

平：Sartorius；过滤器：滤膜孔径约0.45 μm；超声波清洗器；常用玻璃器皿。

2.3 高效液相色谱操作条件 流动相：甲醇+乙腈+水（用85%磷酸调 pH=3.0）=20+45+35

（V/V/V）；流量：1.0mL/min；柱温：室温；检测波长：205nm；进样体积：5 μL；保留时间：咪唑乙烟酸约 3.7min，异噁草松约 6.4min，氟磺胺草醚约 8.7min。典型的液相色谱图（图 1）。

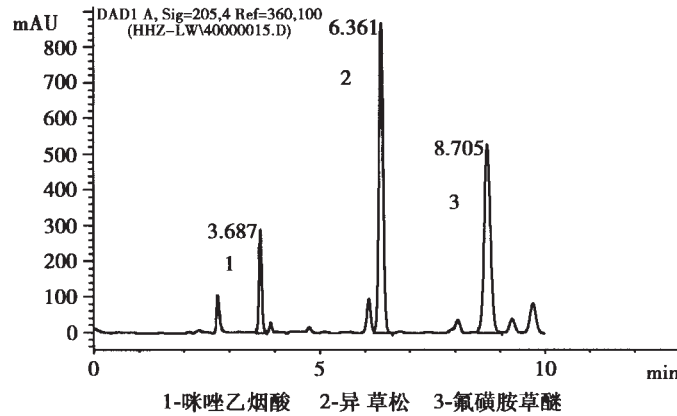


图 1 38% 氟磺胺·咪唑乙烟·异噁草松微乳剂液相色谱图

2.4 测定步骤

2.4.1 标样溶液的配制 分别称取氟磺胺草醚、咪唑乙烟酸和异噁草松标样 40、10、70mg（精确至 0.02mg），置于同一 50mL 容量瓶中，用乙腈溶解并稀释至刻度，摇匀；从配制好的氟磺胺草醚、咪唑乙烟酸和异噁草松标样混合液中取 5mL 置于 50mL 容量瓶中，用乙腈溶解并稀释至刻度，摇匀。

2.4.2 试样溶液的配制 称取试样 50mg（精确至 0.02mg），置于 50mL 容量瓶中，加入 40mL 乙腈，超声处理 2min，取出放至室温后，用乙腈定容，摇匀，过滤。

2.4.3 测定 在上述色谱操作条件下，待仪器基线稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻 2 针标准溶液中的氟磺胺草醚（咪唑乙烟酸、异噁草松）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 针标样溶液中氟磺胺草醚（咪唑乙烟酸、异噁草松）峰面积分别进行平均。试样中氟磺胺草醚（咪唑乙烟酸、异噁草松）的质量分数百分含量 X，按式下式计算：

$$X = \frac{A_2 \times m_1 \times p}{A_1 \times m_2 \times n}$$

式中：A₁——标样溶液中氟磺胺草醚（咪唑乙烟酸、异噁草松）峰面积的平均值；

A₂——试样溶液中氟磺胺草醚（咪唑乙烟酸、异噁草松）峰面积的平均值；

m₁——氟磺胺草醚（咪唑乙烟酸、异噁草松）标样的质量，g；

m₂——试样的质量，g；

P——标样中氟磺胺草醚（咪唑乙烟酸、异噁草松）的质量分数，%。

n——标样中氟磺胺草醚（咪唑乙烟酸、异噁草松）稀释倍数。

3 结果与讨论

3.1 流动相的选择 在分析过程中为了保证氟磺胺草醚、咪唑乙烟酸和异噁草松及其杂质的完全分离，经过乙腈+水（pH=3）、乙腈+异丙醇+水（pH=3）、甲醇+乙腈+水（pH=3）的多种配比试验，确定了以甲醇+乙腈+水（pH=3）=20+45+35（V/V/V）溶液为该试验的流动相，得到了良好的分离效果。

3.2 检测波长的选择 通过 Agilent 1100 高效液相色谱仪 DAD 的 3D 采集数据功能获得 氟磺胺草醚、咪唑乙烟酸和异噁草松的紫外

吸收光谱图 (图 2)。由图可见, 3 种物质在 200nm 左右均有很大吸收, 考虑溶剂和仪器因素, 采用 205nm 作为选择波长。

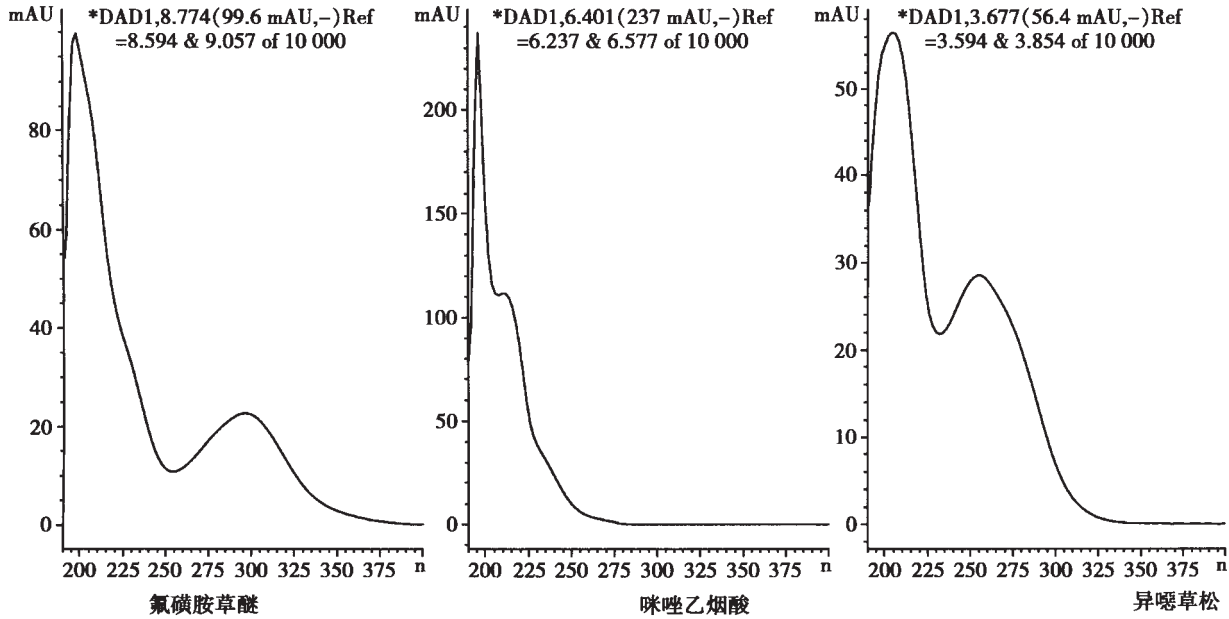


图 2 氟磺胺草醚、咪唑乙烟酸和异噁草松紫外吸收光谱

3.3 分析方法的线性相关性测定 将氟磺胺草醚、咪唑乙烟酸和异噁草松标样配制成 6 个不同浓度的标准溶液, 在本文规定的色谱操作条件下进行测定, 以氟磺胺草醚 (咪唑乙烟酸、异噁草松) 浓度 ($\mu\text{g}/50\text{mL}$) 为横

坐标, 峰面积为纵坐标绘制标准曲线。其中 氟磺胺草醚线性方程为 $y=0.497\ 612\ 11x+0.928\ 102\ 8$, 其线性相关系数为 1.000 0, 线性范围为 820.3~8 203 $\mu\text{g}/50\text{mL}$; 咪唑乙烟酸线性方程为 $y=0.519\ 219\ 18x-0.114\ 645\ 8$, 线性范

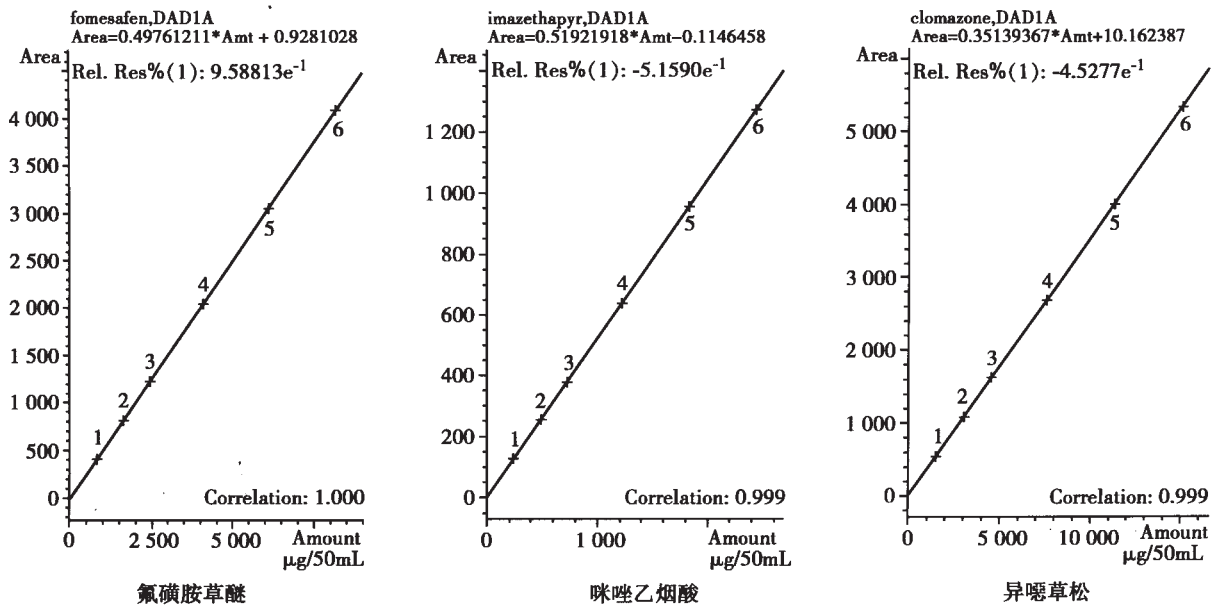


图 3 氟磺胺草醚、咪唑乙烟酸和异噁草松线性关系

围为 244.4~244.4 $\mu\text{g}/50\text{mL}$ ，其线性相关系数为 0.999 99；异噁草松线性方程为 $y=0.351\ 393\ 67x+10.162\ 387$ ，其线性相关系数为 0.999 99；线性范围为 1 511.3~151 13 $\mu\text{g}/50\text{mL}$ （图 3）。本方法具有良好的线性相关性。

3.4 分析方法的精密度测定 在上述色谱操作条件下，对同一 38%氟磺胺草醚·咪唑乙烟酸·异噁草松微乳剂平行测定 5 次，测得氟磺胺草醚的标准偏差为 0.075，变异系数为 0.466%；咪唑

乙烟酸的标准偏差为 0.033，变异系数为 0.819%；异噁草松的标准偏差为 0.168，变异系数为 0.690%。精密度的测定结果（表 1）。

3.5 分析方法的准确度测定 准确称取 5 个 38%氟磺胺草醚·咪唑乙烟酸·异噁草松微乳剂样品，加入一定量的氟磺胺草醚、咪唑乙烟酸和异噁草松标准品，在上述色谱操作条件下进行测定，其氟磺胺草醚、咪唑乙烟酸和异噁草松平均回收率分别为 100.54%、101.30%、101.08%（表 2）。

表 1 分析方法的精密度试验结果

有效成分	编号	含量/%	平均值/%	标准偏差/%	变异系数/%
氟磺胺草醚	1	15.98	16.03	0.075	0.466
	2	16.00			
	3	16.13			
	4	15.95			
	5	16.08			
咪唑乙烟酸	1	3.992	3.980	0.033	0.819
	2	3.997			
	3	4.015			
	4	3.932			
	5	3.963			
异噁草松	1	24.11	24.30	0.168	0.690
	2	24.52			
	3	24.39			
	4	24.16			
	5	24.32			

表 2 分析方法的准确度试验结果

有效成分	编号	理论值(mg)	实测值(mg)	回收率/%	平均回收率/%
氟磺胺草醚	1	2.485 91	2.517 43	101.27	100.54
	2	2.485 91	2.484 39	99.94	
	3	2.485 91	2.463 55	99.10	
	4	2.485 91	2.505 18	100.78	
	5	2.485 91	2.526 01	101.61	
咪唑乙烟酸	1	0.733 12	0.742 67	101.30	101.30
	2	0.733 12	0.757 55	103.33	
	3	0.733 12	0.749 69	102.26	
	4	0.733 12	0.728 24	99.33	
	5	0.733 12	0.735 1	100.27	
异噁草松	1	4.533 99	4.551 51	100.39	101.08
	2	4.533 99	4.496 65	99.18	
	3	4.533 99	4.605 49	101.58	
	4	4.533 99	4.621 14	101.92	
	5	4.533 99	4.639 83	102.33	

3.6 结论 上述试验结果表明，本方法以甲醇+乙腈+水（pH=3）=20+45+35（V/V/V）溶液为流动相，在同一条件下测定混剂中氟磺胺草醚、咪唑乙烟酸、异噁草松 3 种

有效成分，其准确度和精密度能满足要求，线性关系良好，具有分离效果好，简便、快速、准确的优点，是一种可行的分析方法。