

唑草酮20%微囊悬浮剂高效液相色谱分析方法

曹新梅, 仲苏林, 吴建兰, 章东生, 曹雄飞

(联合国南通农药剂型开发中心, 江苏 南通 226006)

Analytical Method for determination of Carfentrazone-ethyl 20% CS by HPLC

Cao Xinmei, Zhong Sulin, Wu Jianlan, Zhang Dongsheng, Cao Xiongfei (UN Nantong Pesticide Formulation Development Center, Nantong 226006, China)

Abstract: A method for separation and quantitative analysis of Carfentrazone-ethyl 20% CS by HPLC with methanol, acetonitrile and H_3PO_4 solution as mobile phase, ODS column and DAD at 243nm wavelength was described. The results showed that the linear correlation coefficient was 0.999 9, the standard deviation was 0.11, the coefficient of variation was 0.54%, and the average recovery was 99.2%.

Key words: carfentrazone-ethyl; HPLC; analysis

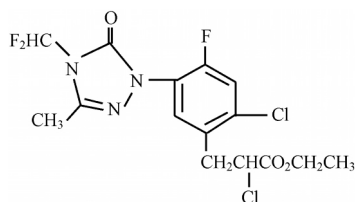
摘要: 本文采用高效液相色谱法, 以甲醇+乙腈+磷酸溶液为流动相, 使用以ODS、 $5\mu m$ 为填料的不锈钢柱和二极阵列检测器, 在243nm波长下对唑草酮20%微囊悬浮剂进行分离和定量分析。结果表明, 该方法的线性相关系数为0.999 9; 标准偏差为0.11; 变异系数为0.54%; 平均回收率为99.2%。

关键词: 唑草酮; 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 (2010) 05-38-03

1 前言

唑草酮是由FMC公司开发的三唑啉酮类内吸性除草剂, 主要用于防治禾谷类作物如小麦、水稻等的阔叶杂草^[1-2]。唑草酮化学名称: (RS)-2-氯-3-[2-氯-4-氟-5-(4-二氟甲基-4,5-二氢-3-甲基-5-氧-1H-1,2,4-三唑-1-基)苯基]丙酸乙酯; 分子式: $C_{15}H_{14}Cl_2F_3N_3O_3$; 结构式:



目前唑草酮的分析方法仅有气相色谱法有报道^[3]。本文采用高效液相色谱法, 对唑草酮20%微囊悬浮剂进行分析, 得到了很好的效果。该方法操作简便、快速、准确, 分离效果好, 可作为质量控制的参考方法。

2 试验部分

2.1 试剂和溶液 甲醇: 色谱级; 乙腈: 色谱级; 水: 新蒸二次蒸馏水; 磷酸: 分析纯; 磷酸溶液: $H_2O:H_3PO_4=1\ 000:0.5$ (V/V); 唑草酮标样: 已知质量分数, 97.7% (美国富美实公司); 唑草酮20%微囊悬浮剂 (自制)。

2.2 仪器 高效液相色谱仪: Waters 510, 二

收稿日期: 2009-11-11

极管阵列检测器 (PDA996), U6K 进样器, Empower 色谱工作站; 色谱柱: 150mm×4.6mm (i.d), ODS 5 μ m 不锈钢柱; 微量进样器: 10 μ L; 过滤器: 滤膜孔径约0.45 μ m。

2.3 色谱条件 流动相: 甲醇:乙腈:磷酸溶液=50:20:30 (V/V/V); 流速: 1.0mL/min; 柱温: 室温; 检测波长: 243nm; 进样体积: 5 μ L; 保留时间: 唑草酮约10.3min。

上述液相色谱操作条件, 系典型操作参数, 可根据不同的仪器特点, 对给定的操作参数作适当调整, 以期获得最佳效果。典型的唑草酮标样和微囊悬浮剂的高效液相色谱图 (图1、2)。

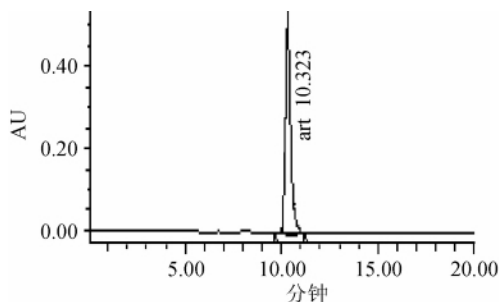


图1 唑草酮标样高效液相色谱图

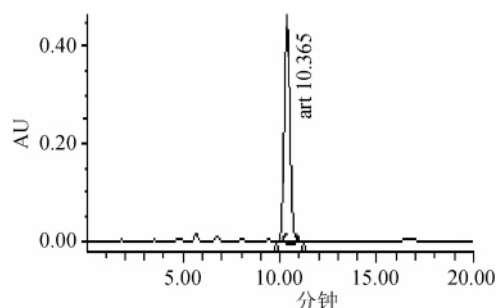


图2 唑草酮20%微囊悬浮剂高效液相色谱图

2.4 测定步骤

2.4.1 标样溶液的配制 称取唑草酮标样0.06g (精确至0.000 2g), 置于50mL容量瓶中, 用甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 过滤, 备用。

2.4.2 试样溶液的配制 称取含唑草酮0.06g的试样 (精确至0.000 2g), 置于50mL容量瓶中, 用甲醇超声溶解5min, 冷却, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀, 过滤, 备用。

2.4.3 测定 在上述色谱条件下, 待仪器稳定后, 连续注入数针标样溶液, 直至相邻2针标样

溶液相对应的峰面积变化<1.5%, 按照标样、试样、试样、标样溶液顺序进行测定。

2.4.4 计算 将测得的2针试样溶液以及试样前后2针标样溶液中唑草酮峰面积分别进行平均。试样中唑草酮质量分数X(%) 按下式计算。

$$X = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot P}{A_1 \cdot m_2}$$

式中: A_1 —标样溶液中, 唑草酮峰面积的平均值;

A_2 —试样溶液中, 唑草酮峰面积的平均值;

m_1 —唑草酮标样的质量, g;

m_2 —试样的质量, g;

P —唑草酮标样的质量分数, %。

3 结果与讨论

3.1 色谱条件的选择 通过Waters PDA996检测器的光谱数据采集功能, 获得唑草酮的紫外吸收谱图 (图3)。从图中可以看到唑草酮在242.9nm处都有较大的吸收, 为避免溶剂的干扰, 将检测波长定为243nm。

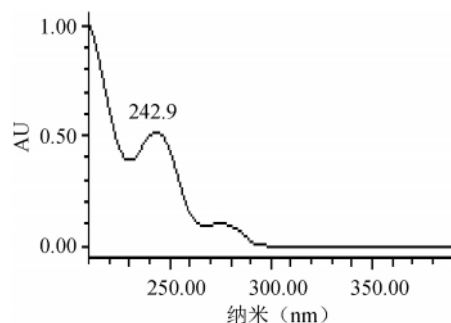


图3 唑草酮紫外吸收谱图

色谱柱选择常用的ODS柱。依据唑草酮物化性质, 用甲醇作溶剂溶解样品。为了得到较好的分离效果, 选择甲醇、乙腈和水作为流动相, 为了峰形更佳在1 000mL水中加入0.5mL磷酸。将流动相按不同比例进行试验, 最终确定流动相为甲醇:乙腈:磷酸溶液=50:20:30 (V/V/V), 在流速1.0mL/min时, 有效成分与杂质能得到较好的分离, 峰形对称且基线平稳。

3.2 线性相关性试验 称取唑草酮标样0.250 5g (精确至0.000 2g), 置于50mL容量瓶中, 用甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀。移取上述溶液2、4、6、8、10mL分别置于25mL容量瓶中, 用甲醇溶

解并稀释至刻度，摇匀，过滤。在上述色谱操作条件下进行分析，以唑草酮标样浓度为横坐标，峰面积为纵坐标绘制标准曲线。唑草酮线性方程为 $y=8\times106x+8\ 201$ ，其线性相关系数为0.999 9（表1、图4）。

3.3 精密度试验 从同一样品中准确称取5个试样，在上述色谱条件下进行分析，测得唑草酮的标准偏差分别为0.11，变异系数为0.54%（表2）。

3.4 准确度试验 称取5份一定量的已知浓度的试样，分别准确加入5mL 2.4.1中配制的标样

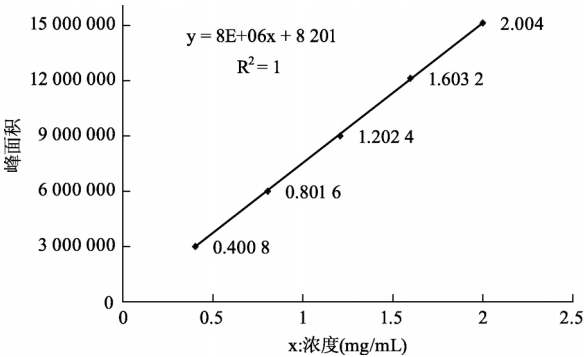


图4 唑草酮线性关系图

溶液，在上述色谱条件下进行分析，测得唑草酮的平均回收率为99.2%（表3）。

表1 方法的线性相关性试验结果

序号	1	2	3	4	5
唑草酮浓度 (mg/mL)	0.400 8	0.801 6	1.202 4	1.603 2	2.004 0
唑草酮峰面积	3 015 192	6 022 452	9 011 963	12 066 348	15 027 341

表2 方法的精密度试验结果

序号	1	2	3	4	5	平均值 (%)	标准偏差	变异系数 (%)
唑草酮质量分数 (%)	20.18	20.15	19.99	19.92	20.05	20.06	0.11	0.54

表3 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	66.93	67.12	100.28	99.2
2	67.21	66.43	98.84	
3	66.57	66.01	99.16	
4	66.65	66.04	99.08	
5	66.95	66.12	98.76	

4 结论

试验结果表明，本方法检测唑草酮20%微囊悬浮剂有较高的准确度和精密度，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 唑草酮(Carfentrazone-ethyl)[J].农药,1999,38(3):40
2 胡耐冬,刘长令. 新型三唑啉酮类除草剂唑草酮[J].精细与专用化学品,2003,11(14):2124
3 董茂锋,刘丰茂,潘灿平,等.采用固相萃取-气相色谱法测定水中唑草酮的残留[J].农药学报,2008,10(4):460-463