

◆ 农药分析 ◆

## 33.5%甲磺·异丙·莠悬浮剂含量的测定

辛延馨, 高长义

(丹东市农药总厂, 辽宁丹东 118009)

**摘要:** 采用高效液相色谱, 以  $C_{18}$  为固定相, 以  $V(\text{甲醇}):V(\text{水})=50:50$  (用磷酸调  $\text{pH}=3$ ) 为流动相, 检测波长 220 nm 及氢火焰离子化检测器气相色谱相结合的方法, 对 33.5%甲磺·异丙·莠悬浮剂进行定量分析。结果表明, 甲基磺草酮、异丙草胺、莠去津线性相关系数分别为 0.999 3, 0.999 1, 0.999 6; 变异系数分别为 0.62%, 0.34%, 0.51%; 平均回收率分别为 99.4%, 99.7%, 99.7%。该方法简便、快捷、准确。

**关键词:** 甲基磺草酮; 异丙草胺; 莠去津; 液相色谱; 气相色谱

**中图分类号:** TQ 450.7 **文献标识码:** A **doi:** 10.3969/j.issn.1671-5284.2011.06.009

### Determination of Mesotrione+Propisochlor+Atrazine 33.5% SC

XIN Yan-xin, GAO Chang-yi

(Dandong Pesticide General Factory, Liaoning Dandong 118009, China)

**Abstract:** A method for separation and quantitative analysis of mesotrione + propisochlor + atrazine 33.5% SC by HPLC with  $C_{18}$  as solid phase, methanol + water ( $\text{pH}=3$ ,  $V/V=50/50$ ) as mobile phase at 220 nm wavelength and GC with flame ionization detector was established. The results showed that the linear correlation coefficients of mesotrione, propisochlor and atrazine were 0.9993, 0.9991 and 0.9996; the variation coefficients were 0.62%, 0.34% and 0.51%; the average recoveries were 99.4%, 99.7% and 99.7%, respectively. The method was simple, rapid and accurate.

**Key words:** mesotrione; propisochlor; atrazine; HPLC; GC

甲基磺草酮是瑞士先正达作物保护有限公司开发的一种三酮类芽前、苗后广谱选择性除草剂, 能够抑制羟基苯基丙酮酸酯双氧化酶 (HPPD), 可有效防治主要的阔叶草和一些禾本科杂草。甲基磺草酮容易在植物木质部和韧皮部传导, 具有触杀作用和持效性。

异丙草胺是内吸传导型选择性芽前除草剂, 主要通过杂草幼芽吸收, 在土壤中稳定性较差, 对光稳定, 能被土壤微生物分解, 持效期 60~80 d, 对后茬作物没有影响。

莠去津是三嗪类内吸选择性苗前、苗后除草剂, 以根部吸收为主, 茎叶吸收很少<sup>[1]</sup>。

33.5%甲磺·异丙·莠悬浮剂为国内新型旱田复配除草剂, 尤其对玉米田杂草防除效果显著, 且杀草谱广。国内对此 3 种除草剂的复配制剂具体分

析方法未见报道。本方法采用高效液相色谱法和气相色谱法相结合, 用高效液相色谱法对甲基磺草酮及莠去津进行定量分析<sup>[2]</sup>, 气相色谱法对异丙草胺进行定量分析, 取得了很好的效果。该方法操作简便, 快速, 准确, 分离效果好, 可作为企业生产过程中质量控制和质检机构质量检测的参考方法。

## 1 实验部分

### 1.1 试剂和仪器

甲醇、磷酸, 为色谱纯; 丙酮、邻苯二甲酸二戊酯, 为分析纯; 水为新蒸二次蒸馏水;

甲基磺草酮标样 (已知质量分数 $\geq 98.0\%$ ), 莠去津标样 (已知质量分数 $\geq 98.0\%$ ), 异丙草胺标样 (已知质量分数 $\geq 98.0\%$ )。33.5%甲磺·异丙·莠悬浮剂 (丹东市农药总厂生产)。

收稿日期: 2011-06-15; 修回日期: 2011-08-22

作者简介: 辛延馨 (1978—), 女, 辽宁省丹东市人, 助理工程师, 主要从事农药分析和研究工作。E-mail: xyxdandong@sohu.com

高效液相色谱仪 (具可变波长紫外检测器); 色谱工作站; 色谱柱: 150 mm×4.6 mm (id), 不锈钢柱内填 HypersilodsC<sub>18</sub> 填充物; 微量注射器: 50 μL。

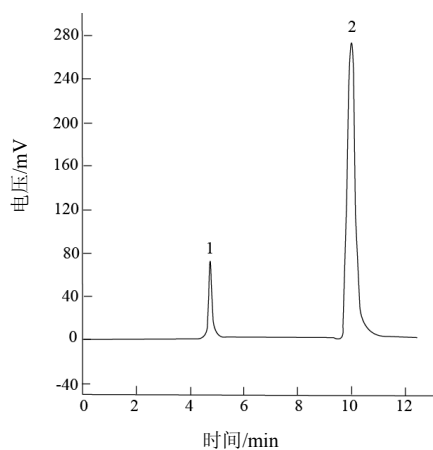
气相色谱仪 (具氢火焰离子化检测器); 色谱柱 1 000 mm×3 mm (id) 不锈钢柱管, 柱填充物 (5% SE-30) 涂渍在 101 白色硅烷化担体 (177~250 μm) 上; 微量进样器: 10 μL; 色谱工作站。

## 1.2 色谱操作条件

### 1.2.1 液相色谱操作条件

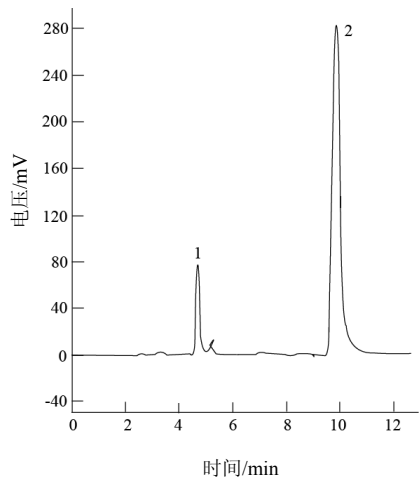
流动相:  $V(\text{甲醇}):V(\text{水})=50:50$  (用磷酸调 pH=3); 流速: 1.0 mL/min; 柱温: 室温; 检测波长: 220 nm; 进样体积: 20 μL; 保留时间 (min): 甲基磺草酮约 4.5, 莠去津约 10.5。

甲基磺草酮 (莠去津) 标样高效液相色谱图见图 1, 典型的甲磺·异丙·莠悬浮剂高效液相色谱图见图 2。



1 - 甲基磺草酮; 2 - 莠去津

图 1 莠去津 (甲基磺草酮) 标样高效液相色谱图



1 - 甲基磺草酮; 2 - 莠去津

图 2 典型的甲磺·异丙·莠悬浮剂高效液相色谱图

### 1.2.2 气相色谱操作条件

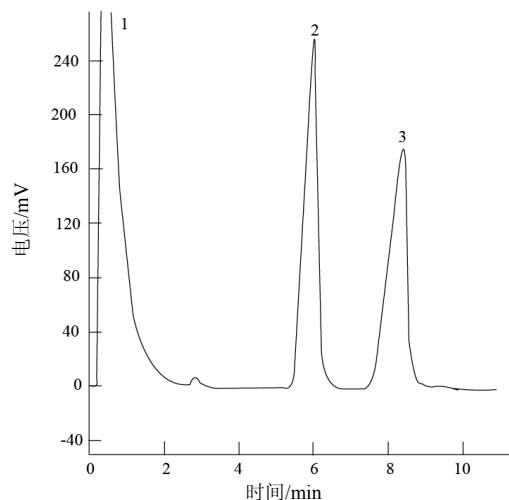
温度 (°C): 柱室 220, 气化室 260, 检测器室 260;

气体流速 (mL/min): 载气 (N<sub>2</sub>) 40, 氢气 40, 空气 300;

进样体积: 1.0 μL;

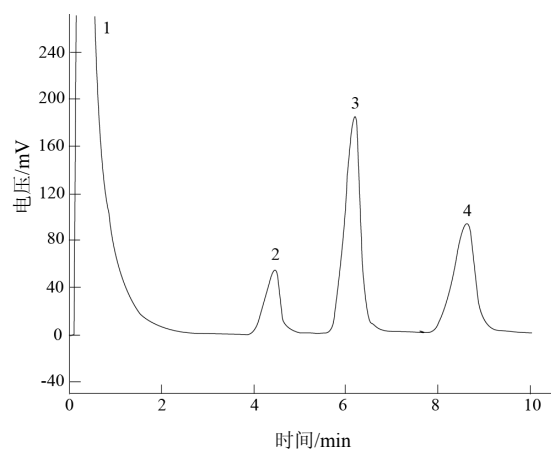
保留时间 (min): 异丙草胺约 6.0, 内标物约 8.5。

异丙草胺标样气相色谱图见图 3, 典型的异丙·莠·甲酮悬浮剂气相色谱图见图 4。



1 - 溶剂; 2 - 异丙草胺; 3 - 内标物

图 3 异丙草胺标样气相色谱图



1 - 溶剂; 2 - 莠去津; 3 - 异丙草胺; 4 - 内标物

图 4 典型的异丙·莠·甲酮悬浮剂中异丙草胺气相色谱图

## 1.3 标样和试样溶液的配制

### 1.3.1 甲基磺草酮 (莠去津) 标样溶液的配制

称取甲基磺草酮标样 0.04 g、莠去津标样 0.15 g (精确至 0.000 2 g) 于 50 mL 容量瓶中, 加入甲醇溶解, 超声波浴振荡 2 min, 冷至室温, 再用甲醇

定容, 摇匀。吸取 1 mL 于 25 mL 容量瓶中, 用流动相稀释至刻度。放入超声波浴中振荡 5 min, 取出冷至室温, 待用。

### 1.3.2 异丙草胺标样溶液的配制

称取异丙草胺标样 0.15 g (精确至 0.000 2 g) 置于一具塞玻璃瓶中, 加入 10 mL 内标液, 充分摇匀。

### 1.3.3 甲基磺草酮 (莠去津) 试样溶液的配制

称取试样 1.0 g (精确至 0.000 2 g) 于 50 mL 容量瓶中, 加入甲醇溶解, 超声波浴振荡 2 min, 冷至室温。再用甲醇定容, 摇匀。用 1.3.1 同一支移液管吸取 1 mL 于 25 mL 容量瓶中, 用流动相稀释至刻度。放入超声波浴中振荡 5 min, 取出冷至室温, 过滤, 待用。

### 1.3.4 异丙草胺试样溶液的配制

称取试样 1.0 g (精确至 0.000 2 g) 置于一具塞玻璃瓶中, 加入 10 mL 内标液, 充分摇匀。

## 1.4 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, 直至相邻两针响应值变化小于 1.5%。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。

## 1.5 计算

### 1.5.1 甲基磺草酮 (莠去津) 质量分数的计算

将测得两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中甲基磺草酮 (莠去津) 峰面积分别进行平均。

甲基磺草酮 (莠去津) 质量分数  $W_1(\%)$  按式 (1) 计算:

$$W_1 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot p}{A_1 \cdot m_2} \quad (1)$$

式中:

$A_1$ —标样溶液中甲基磺草酮 (莠去津) 峰面积的平均值;

$A_2$ —试样溶液中甲基磺草酮 (莠去津) 峰面积的平均值;

$m_1$ —甲基磺草酮 (莠去津) 标样的质量, g;

$m_2$ —试样的质量, g;

$p$ —标样的质量分数, %。

### 1.5.2 异丙草胺质量分数的计算

将测得两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中异丙草胺与内标物峰面积之比分别进行平均。异丙草胺质量分数  $W_2(\%)$  按式 (2) 计算:

$$W_2 = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2} \quad (2)$$

式中:

$r_1$ —标样溶液中异丙草胺与内标物峰面积比的平均值;

$r_2$ —试样溶液中异丙草胺与内标物峰面积比的平均值;

$m_1$ —异丙草胺标样的质量, g;

$m_2$ —试样的质量, g;

$p$ —标样的质量分数, %。

## 2 结果与讨论

### 2.1 方法的线性相关测定

分别在一定范围内称取数个不同质量的甲基磺草酮、异丙草胺、莠去津标准样品, 分别溶于相应的同体积的溶剂中, 混匀。按上述操作条件进行分析, 以质量浓度为横坐标、峰面积为纵坐标作图, 得甲基磺草酮和莠去津的线性回归方程分别为  $Y_{\text{甲基磺草酮}} = 6 \text{ E} + 07 X + 728 \text{ 362}$ ,  $Y_{\text{莠去津}} = 1 \text{ E} + 08 X + 3 \text{ E} + 06$ , 相关系数分别为  $r_{\text{甲基磺草酮}} = 0.999 \text{ 3}$ ,  $r_{\text{莠去津}} = 0.999 \text{ 6}$ ; 以质量浓度为横坐标、异丙草胺与内标物的峰面积之比为纵坐标, 得异丙草胺的回归方程为  $Y_{\text{异丙草胺}} = 139.18 X - 1.562 \text{ 3}$ , 相关系数为  $r_{\text{异丙草胺}} = 0.999 \text{ 1}$  (见图 5、图 6 和图 7)。

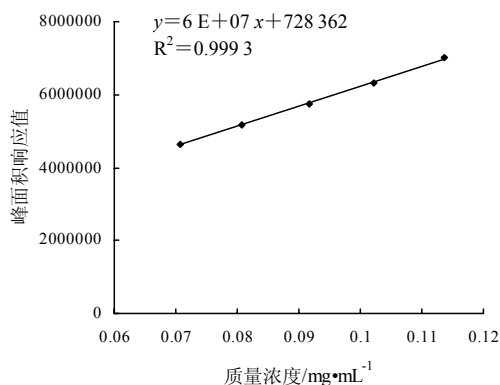


图 5 甲基磺草酮线性关系图

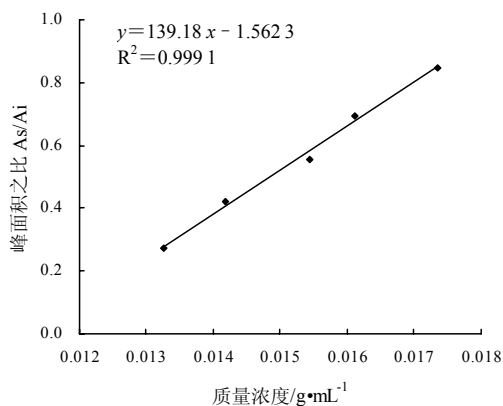


图 6 异丙草胺线性关系图

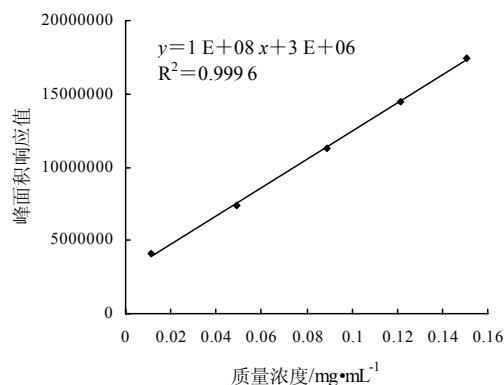


图 7 莠去津线性关系图

## 2.2 精密度的测定

按上述条件, 对同一样品进行 8 次平行测定, 结果见表 1。甲基磺草酮标准偏差 0.022, 变异系数 0.62%; 异丙草胺标准偏差 0.053, 变异系数 0.34%; 莠去津标准偏差 0.080, 变异系数 0.51%。

表 1 方法精密度试验结果

| 品种    | 质量分数/% |       |       |       | 平均值/% | 标准偏差  | 变异系数/% |
|-------|--------|-------|-------|-------|-------|-------|--------|
| 甲基磺草酮 | 3.53   | 3.48  | 3.52  | 3.48  | 3.52  | 0.022 | 0.62   |
|       | 3.52   | 3.54  | 3.54  | 3.52  |       |       |        |
| 异丙草胺  | 15.52  | 15.47 | 15.46 | 15.48 | 15.49 | 0.053 | 0.34   |
|       | 15.40  | 15.50 | 15.54 | 15.57 |       |       |        |
| 莠去津   | 15.60  | 15.73 | 15.74 | 15.56 | 15.62 | 0.080 | 0.51   |
|       | 15.65  | 15.55 | 15.53 | 15.62 |       |       |        |

## 2.3 回收率的测定

在已知含量的甲磺·异丙·莠悬浮剂样品中, 分别加入一定量异丙草胺、莠去津、甲基磺草

酮标准品, 配成溶液, 在相同的操作条件下进行测定, 计算其平均回收率, 异丙草胺为 99.7%, 莠去津为 99.7%, 甲基磺草酮为 99.4%。结果见表 2。

表 2 方法回收率试验结果

| 品种    | 理论量/% |       | 实测量/% |       | 回收率/% |        | 平均回收率/% |
|-------|-------|-------|-------|-------|-------|--------|---------|
| 甲基磺草酮 | 2.46  | 3.83  | 2.44  | 3.81  | 99.19 | 99.48  | 99.4    |
|       | 2.89  | 4.32  | 2.88  | 4.30  | 99.65 | 99.54  |         |
|       | 3.36  | 4.81  | 3.33  | 4.79  | 99.11 | 99.58  |         |
| 异丙草胺  | 12.15 | 14.63 | 12.10 | 14.60 | 99.59 | 99.79  | 99.7    |
|       | 13.59 | 15.07 | 13.53 | 15.02 | 99.56 | 99.67  |         |
|       | 14.49 | 15.43 | 14.44 | 15.45 | 99.65 | 100.13 |         |
| 莠去津   | 12.68 | 14.95 | 12.60 | 14.98 | 99.37 | 100.20 | 99.7    |
|       | 13.67 | 15.56 | 13.62 | 15.50 | 99.63 | 99.61  |         |
|       | 14.69 | 15.96 | 14.64 | 15.91 | 99.66 | 99.69  |         |

## 3 结论

本文提出的甲磺·异丙·莠悬浮剂中有效成分质量分数的分析方法线性关系好, 在选定的实验条件下方法重现性好, 具有较高的准确度和精密性, 操作简便快速, 是该制剂有效成分含量测定的一种可行的分析方法。

## 参考文献

- [1] 国外农药品种手册 (合订本) [M]. 沈阳: 化工部农药信息总站, 1996.
- [2] 王小丽, 陈铁春, 李友顺, 等. 硝磺草酮原药高效液相色谱分析方法研究 [J]. 农药科学与管理, 2009, 30 (6): 44.

## 《广东化工》2012 年征订及征稿启事

欢迎全国作者投稿订阅, 本刊为职称资格评审认定刊物

《广东化工》(月刊), 创刊于 1974 年, 发行国内外。刊号为: CN 44-1238/TQ, ISSN 1007-1865。大 16 开, 每月 25 日出版。被美国《化学文摘》重点收录, 中国核心期刊 (遴选) 数据库收录和中国学术期刊光盘版收录, 第六届全国石油和化工行业优秀报刊一等奖, 在全国化工刊物界享有很高声誉, 适合在化工行业的企业、高等院校、科研院所从事管理、科研、工程设计与施工、教学、生产及一切与化工事业相关的人士阅读。

**主要栏目:** 试验与研究、专论与综述、分析测试、环境保护、材料合成与加工改性、化工设计及装备、教学与实践、化工新能源等。

**适合的专业有:** 石油化工、医药化工、农药化肥、日用化工、燃气化工、化学建材、电化学、工业水处理、涂料与胶粘剂、生物化工、食品化工等。

**全年订费:** 全年 12 期, 国内订价为 240 元/份; 境外订价为 192 美元/份。

**订阅办法: (选一)**

A. 直接汇款向编辑部订阅。编辑部地址: 广州市越秀区越华路 116 号, 收款人: 《广东化工》编辑部, 邮政编码: 510030。请注明: 订 2012 广东化工/起止时间/份数。

B. 向邮局订阅。邮发代号: 46-211。

欢迎订阅, 欢迎投稿。

广东化工在线投稿网址: www.gdchem.com; 投稿 E-mail: gdcic200@163.com; 联系电话: 020-83336009, 83302517