

环酯草醚原药高效液相色谱 分析方法研究

姜宜飞, 于 荣, 李国平

(农业部农药检定所, 北京 100125)

Analytical Method of Pyriftalid TC By HPLC

Jiang Yifei, Yu Rong, Li Guoping (Institute for the Control of Agrochemicals, Ministry of Agriculture, Beijing 100125, China)

Abstract: A method for separation and quantitative analysis of pyriftalid TC by HPLC with acetonitrile and H_3PO_4 solution as mobile phase, ZORBAX Extend- C_{18} column and DAD at 240nm wavelength was described. The result showed that the linear correlation coefficient was 1.000 0, the standard deviation was 0.17, the variation coefficient was 0.17%, the average recovery was 100.0%.

Key words: pyriftalid; TC; HPLC; analysis

摘 要: 本文采用高效液相色谱法, 以乙腈+磷酸溶液为流动相, 使用以ZORBAX Extend- C_{18} 、 $5\mu m$ 为填料的不锈钢柱和二极阵列检测器, 在240nm波长下对环酯草醚原药进行分离和定量分析。结果表明, 该分析方法的线性相关系数为1.000 0; 标准偏差为0.17; 变异系数为0.17%; 平均回收率为100.0%。

关键词: 环酯草醚; 原药; 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) 09-43-03

1 前言

环酯草醚英文通用名称: pyriftalid, CAS号: 135186-78-6, 分子式: $C_{15}H_{14}N_2O_4S$, 化学名称: (RS)-7-(4,6-二甲氧嘧啶-2-基硫)-3-甲基-2-苯并呋喃-1 (3H)-酮。环酯草醚属嘧啶类氧(硫)苯甲酸酯类除草剂, 是一种高效低毒环保型的化合物。环酯草醚为水稻苗后早期广谱除草剂, 主要用于移栽及直播水稻^[1,2]。

目前环酯草醚具体的分析方法未见报道。本文采用高效液相色谱法, 对环酯草醚原药进行分析, 该方法操作简便、快速、准确, 分离

效果好, 准确度和精密度均能达到定量分析的要求, 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。

2 试验部分

2.1 试剂和溶液 乙腈: 色谱纯; 水: 新蒸2次蒸馏水; 磷酸: 分析纯; 磷酸溶液: $H_2O:H_3PO_4=1\ 000:1$ (V/V); 环酯草醚标样: 已知质量分数, $\geq 99.0\%$ (农业部农药检定所); 环酯草醚原药 (某公司)。

2.2 仪器 高效液相色谱仪: Agilent 1100, 具有二极管阵列检测器和自动进样器; Agilent色谱

工作站; Millipore超纯水制备系统; 色谱柱: 250mm×4.6mm (i.d.) 不锈钢柱, 内装ZORBAX Extend-C₁₈、5μm填充物。

2.3 液相色谱操作条件 流动相: 乙腈:磷酸溶液=60:40 (V/V); 流量: 1.0mL/min; 柱温: 30℃; 检测波长: 240nm; 进样体积: 3μL; 保留时间: 环酯草醚约6.4min。

上述液相色谱操作条件, 系典型操作参数, 可根据不同仪器特点, 对给定的操作参数作适当调整, 以期获得最佳效果。典型的环酯草醚标样和原药的高效液相色谱图 (图1、2)。

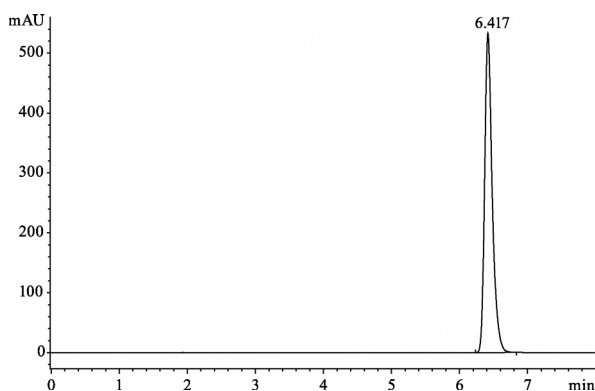


图1 环酯草醚标样高效液相色谱图

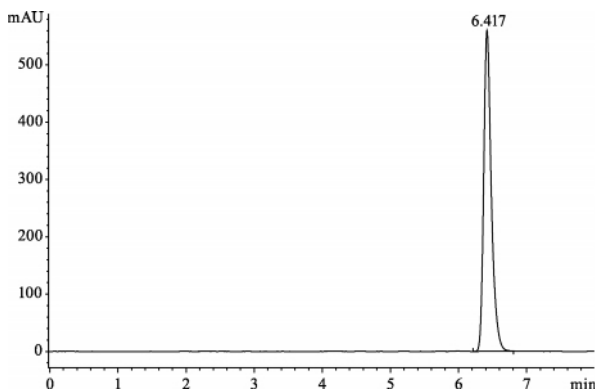


图2 环酯草醚原药高效液相色谱图

2.4 测定步骤

2.4.1 标样溶液的配制 称取环酯草醚标样0.05g (精确至0.000 2g), 置于100mL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 称取含环酯草醚0.05g的试样 (精确至0.000 2g), 置于100mL容量瓶

中, 用乙腈溶解并稀释至刻度, 摇匀。

2.4.3 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, 直至相邻2针标样溶液的响应值相对变化<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针标样溶液中环酯草醚峰面积分别进行平均。试样中环酯草醚的质量分数 $\omega(\%)$, 按下式计算。

$$\omega = \frac{A_2 \times m_1 \times P}{A_1 \times m_2}$$

式中: A_1 —标样溶液中环酯草醚峰面积的平均值;

A_2 —试样溶液中环酯草醚峰面积的平均值;

m_1 —标样的质量, g;

m_2 —试样的质量, g;

P —标样中环酯草醚的质量分数, %。

3 结果与讨论

3.1 色谱条件的选择 通过Agilent 1100高效液相色谱仪的光谱数据采集功能, 获得环酯草醚的紫外波长扫描图 (图3)。从图中可以看到环酯草醚最大吸收波长在200nm, 在240nm处也有较大的吸收, 为了减少溶剂的干扰, 将检测波长定为240nm。

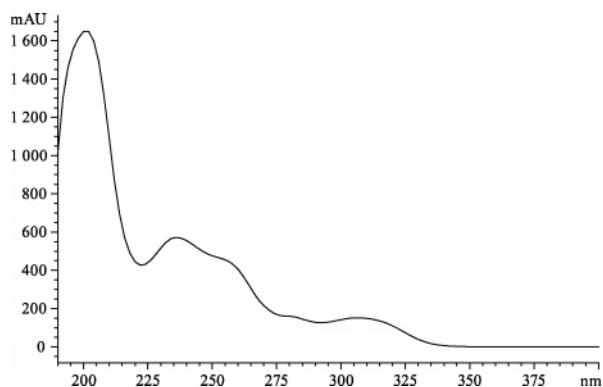


图3 环酯草醚紫外吸收谱图

色谱柱选择常用的反相填料ZORBAX Extend-C₁₈柱。依据环酯草醚物化性质, 用乙腈作为溶剂溶解样品, 并选择乙腈和水作为流动相, 为了得到更好的分离效果和峰形, 在

1 000mL水里加入1mL磷酸。将流动相按不同比例在色谱柱上进行试验,最终确定流动相为乙腈:磷酸溶液=60:40,在流速1.0mL/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。

3.2 分析方法的线性相关性试验 将2.4.1中配制的标样溶液在上述色谱操作条件下进行分析,进样量分别为1、2、3、5、10 μ L,以环酯草醚质量为横坐标,峰面积为纵坐标绘制标准曲线,得线性方程为 $y=2\,755.45x+23.42$,其线性相关系

数为1.000 0(表1、图4)。

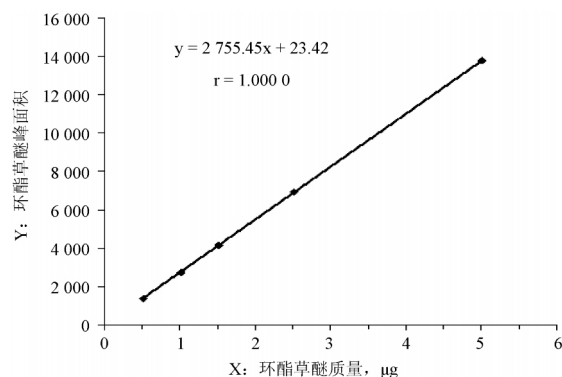


图4 环酯草醚线性关系图

表1 分析方法的线性相关性试验结果

编号	1	2	3	4	5
环酯草醚质量, μ g	0.50	1.00	1.50	2.50	5.00
环酯草醚峰面积	1 390.577 15	2 762.163 09	4 166.892 58	6 943.369 63	13 786.3

3.3 分析方法的精密度试验 从同一产品中准确称取5个试样,在上述色谱操作条件下进行分

析,测得环酯草醚的标准偏差为0.17,变异系数为0.17%(表2)。

表2 分析方法的精密度试验结果

编号	1	2	3	4	5	平均值 (%)	标准偏差	变异系数 (%)
环酯草醚 质量分数, %	98.51	98.69	98.76	98.36	98.42	98.55	0.17	0.17

3.4 分析方法的准确度试验 称取5份一定量的试样,分别准确加入10mL2.4.1中配制的标样

溶液,在上述色谱操作条件下进行分析,测得环酯草醚的平均回收率为100.0%(表3)。

表3 分析方法的准确度试验结果

编号	理论值 (mg)	实测值 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)
1	49.18	49.05	99.74	100.0
2	48.22	48.19	99.94	
3	49.86	50.01	100.30	
4	50.89	50.63	99.49	
5	49.02	49.16	100.29	

4 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。

参考文献

- 1 环酯草醚[J]. 农药科学与管理,2009,30(4):58.
- 2 C D S Tomlin. The e-Pesticide Manual [CP/DK].(Version 3.1 2004-05)[2009-02-02]. <http://www.bcp.org/epm>.