

# 氟噻草胺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)

## Analysis of Flufenacet by HPLC

Chen Jie, Shen Jian (Jiangsu Kuaida Agrochemical Co., Ltd., Rudong 226401, China)

**Abstract:** A method for separation and quantitative analysis of flufenacet by HPLC with acetonitrile and water as mobile phase, SHIMADZU VP-ODS column and UVD at 225nm wavelength was described. The results showed that the linear correlation coefficient was 1.000, the standard deviation was 0.27, the coefficient of variation was 0.28%, the average recovery was 99.84%.

**Key words:** Flufenacet; HPLC; analysis

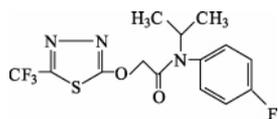
**摘要:** 本文采用高效液相色谱法, 以乙腈溶液为流动相, 使用以SHIMADZU VP-ODS 为填料的不锈钢柱和紫外吸收检测器, 在 225nm 波长下对试样进行分离和定量分析。结果表明氟噻草胺的线性相关系数为 1.000; 标准偏差为 0.27; 变异系数为 0.28%; 平均回收率为 99.84%。

**关键词:** 氟噻草胺; 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) 09-46-03

## 1 前言

氟噻草胺 (Flufenacet) 化学名称为 4'-氟-N-异丙基-N-2-(5-三氟甲基-1,3,4-噻二唑-2-基氧基)乙酰苯胺, 结构式:



氟噻草胺属芳氧酰胺类除草剂。主要用于防除玉米、小麦、大麦、大豆等田中一年生禾本科杂草和部分阔叶杂草。氟噻草胺具有对作物和环境安全等特点<sup>[1]</sup>。目前氟噻草胺具体的分析方法未见报道。本文采用高效液相色谱法, 对试样中氟噻草胺进行定量分析。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。

收稿日期: 2010-07-18

## 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; 氟噻草胺标样: 已知质量分数, 99.9% (迪马科技公司); 氟噻草胺原药: 江苏快达农化股份有限公司。

2.2 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 $\mu$ L; 色谱工作站: 浙江大学 N2000; 色谱柱: 150mm $\times$ 4.6mm (i.d.) 不锈钢柱, 内装 SHIMADZU VP-ODS 5 $\mu$ m 填充物; 过滤器: 滤膜孔径约 0.45 $\mu$ m; 微量进样器: 50 $\mu$ L; 超纯水制备系统; 超声波清洗器; 分光光度计。

2.3 液相色谱操作条件 流动相: 乙腈溶液, 体积分数  $\psi=70\%$ , 经滤膜过滤, 并进行脱气; 流量: 1.0mL/min; 柱温: 室温(温度变化不>

2℃); 检测波长: 225nm; 进样体积: 25μL; 保留时间: 氟噻草胺约 5.0min。

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 (图1、2)。

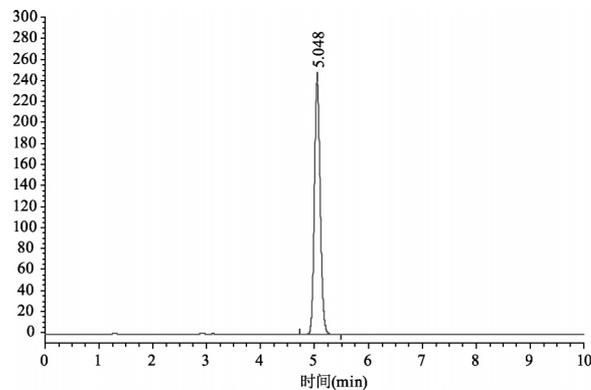


图 1 氟噻草胺标样高效液相色谱图

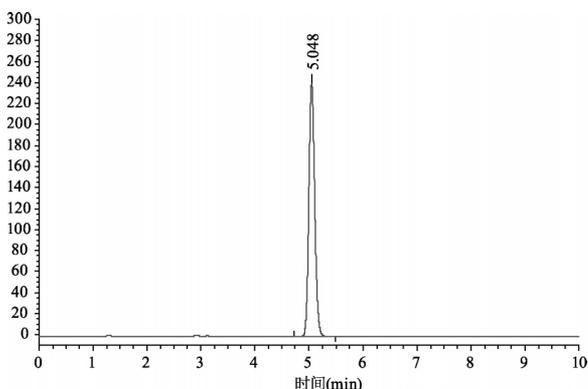


图 2 氟噻草胺原药高效液相色谱图

## 2.4 测定步骤

2.4.1 标样溶液的配制 称取氟噻草胺标样约 50mg, 精确到 0.2mg, 置于 100mL 容量瓶中, 用流动相超声溶解, 定容。

2.4.2 试样溶液的配制 称取含氟噻草胺约 50mg 试样, 精确到 0.2mg, 置于 100mL 容量瓶中, 用流动相超声溶解, 定容。用 0.45μm 孔径滤膜过滤, 滤液为试样溶液。

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, 计算各针相对响应值, 待相邻两针的相对响应值变化<1%, 按标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

2.4.4 计算 将测得的两针试样溶液以及试样前后2针标样溶液中氟噻草胺峰面积分别进行平均。氟噻草胺质量分数以  $\omega$  计, 数值以 % 表示, 按下式计算。

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

式中:  $A_1$ —标样溶液中, 氟噻草胺峰面积的平均值;

$A_2$ —试样溶液中, 氟噻草胺峰面积的平均值;

$m_1$ —氟噻草胺标样质量的数值, 单位为克 (g);

$m_2$ —试样质量的数值, 单位为克 (g);

$P$ —标样中氟噻草胺的质量分数, 数值以 % 表示。

## 3 结果与讨论

3.1 色谱条件的选择 检测波长的确定: 氟噻草胺标样溶于乙腈, 配制成浓度约 50μg/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 (图3), 从图中可以看出, 氟噻草胺从波长 210~260nm 之间都有较大的吸收, 但从波长 222~228nm 之间, 吸光度变化率较少, 因此选用 225nm 作为检测波长。

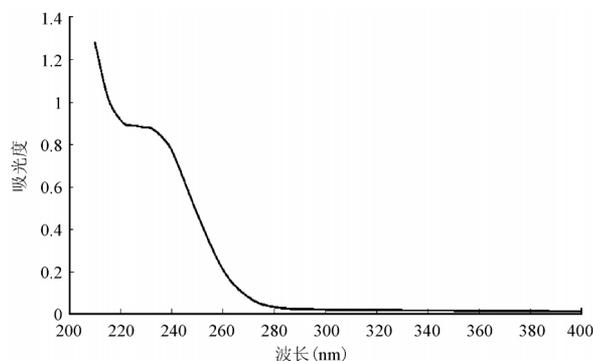


图 3 氟噻草胺的紫外吸收谱图

色谱柱选择: 根据氟噻草胺的化学结构, 我们选择常用的反相填料 SHIMADZU VP-ODS 柱和正相填料 LINCHROSORB Si<sub>60</sub> 柱进行试验, 发现反相填料 SHIMADZU VP-ODS 柱能较好将氟噻草胺与其杂质分离。

流动相的选择: 根据氟噻草胺的特点, 对

使用甲醇和水、乙腈和水按不同比例,在色谱柱上进行选择比较。经测定,选择乙腈溶液,体积分数 70%,流量为 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 准确称取氟噻草胺标样 250mg (称准至 0.2mg),于 250mL 容量瓶中,用流动相超声溶解、定容。分别移取 10、15、25、35mL 此标样溶液于 4 个 50mL 容量瓶中。按表 1 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(表 1、图 4)。

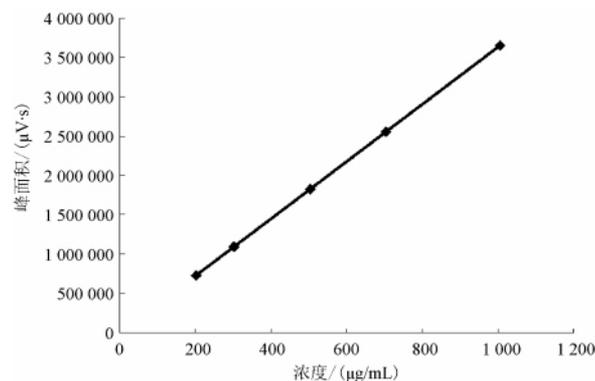


图 4 氟噻草胺线性关系图

表 1 分析方法的线性相关性试验结果

编号	1 <sup>#</sup>	2 <sup>#</sup>	3 <sup>#</sup>	4 <sup>#</sup>	5 <sup>#</sup>
氟噻草胺/(µg/mL)	201.12	301.68	502.80	703.92	1 005.6
氟噻草胺峰面积/(µV·s)	731 710	1 096 064	1 826 776	2 557 490	3 653 545

以氟噻草胺峰面积为纵坐标,氟噻草胺浓度为横坐标,绘制标准曲线。氟噻草胺回归曲线方程  $y = 3\ 632.38 X + 647.33$ ; 相关系数为 1.000 0。

3.3 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,测得氟噻草胺的标准偏差为 0.27,变异系数为 0.28% (表 2)。

3.4 方法的准确度 在已知质量分数的氟噻草胺样品中,添加一定量的标样,在上述色谱操作条件下进行分析,测得氟噻草胺的平均回收率为 99.84% (表 3)。

表 2 分析方法的精密度试验结果

氟噻草胺质量分数/%						平均值	标准偏差	变异系数
1 <sup>#</sup>	2 <sup>#</sup>	3 <sup>#</sup>	4 <sup>#</sup>	5 <sup>#</sup>	6 <sup>#</sup>			
96.32	97.01	96.84	96.68	96.93	96.44	96.70	0.27	0.28%

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 <sup>#</sup>	50.21	50.54	100.66	99.84
2 <sup>#</sup>	51.24	50.76	99.06	
3 <sup>#</sup>	49.08	48.55	98.92	
4 <sup>#</sup>	50.15	50.75	101.19	
5 <sup>#</sup>	50.02	49.71	99.38	

#### 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 刘长令.世界农药大全(除草剂卷)[M].北京:化学工业出版社,2002:251~252.