

离子色谱法测定草铵膦含量

包素萍, 张晓强, 顾爱国, 朱利利, 武中平, 俞幼芬

(江苏省产品质量监督检验研究院, 南京 210029)

摘要:[目的]建立草铵膦原药和草铵膦水剂的离子色谱定量分析方法。[方法]采用8 mmol/L氢氧化钾水溶液为流动相, AS-11离子色谱柱(含AG-11保护柱)以及电导检测器对其有效成分草铵膦进行外标法定量分析。[结果]方法线性相关系数为0.9995(50~250 mg/L), 标准偏差均小于0.08, 变异系数均小于0.15%, 平均回收率为100.26%。[结论]该方法可用于测定草铵膦原药或草铵膦水剂中的有效成分, 具有精密、准确、简便易行的特点。

关键词:草铵膦; 离子色谱; 测定

中图分类号:TQ450.7 文献标志码:A 文章编号:1006-0413(2011)12-0901-02

Determination of Glufosinate-ammonium by Ion Chromatography

BAO Su-ping, ZHANG Xiao-qiang, GU Ai-guo, ZHU Li-li, WU Zhong-ping, YU You-fen

(Jiangsu Provincial Supervising, Testing Research Institute for Products Quality, Nanjing 210029, China)

Abstract: [Aims] It was to establish a quantitative analysis method of glufosinate-ammonium(TC&AS) by Ion Chromatography(IC). [Methods] The active ingredient of glufosinate-ammonium was analyzed quantitatively with external standard method using AS-11 ion column(including AG-11 guard column), conductivity detector and 8 mmol/L potassium hydroxide aqueous solution as mobile phase. [Results] The linear correlation coefficient was 0.9995(50-250 mg/L), standard deviations was less than 0.08, coefficient of variation was less than 0.15% and average recovery was 100.26%. [Conclusions] The method could be used to detect the active ingredients of glufosinate-ammonium(TC&AS), which was precise, accurate and simple.

Key words: glufosinate-ammonium; IC; determination

草铵膦(glufosinate-ammonium)化学名称2-氨基-4-[羟基(甲基)膦酰基]丁酸铵, 属膦酸类除草剂, 是谷氨酰胺合成抑制剂, 为非选择性触杀除草剂, 可防除单子叶和双子叶杂草, 在叶子内转移, 但不能转移到别处, 谷氨酰胺合成受抑制后, 导致铵离子累积, 光合层被破坏。本品可用于果园、葡萄园、非耕地防除一年生和多年生双子叶及禾本科杂草。草铵膦是世界大吨位农药品种, 也是世界第二大转基因作物耐受性除草剂, 有较广阔的应用前景。目前已有用HPLC/UV测定草铵膦含量的分析方法报道^[1-2], 因为采用强阴离子柱和较高浓度缓冲盐作流动相, 故存在分析所需平衡时间长, 且色谱柱寿命较短的问题。本文介绍了一种用离子色谱-电导检测法分析草铵膦含量, 具有简便、快速、准确度高、重复性好的特点, 可用于草铵膦相关产品的质量控制。

1 实验部分

1.1 仪器

DIONEX ICS 2000离子色谱仪(美国戴安公司), 配有Chromeleon 6.70色谱工作站、AS-40自动进样器、EG-40淋洗自动发生器、ASRS-ULTRA阴离子抑制器、DS型电导检测器以及Ionpac AG-11型保护柱(50 mm×4 mm)

和Ionpac AS-11型阴离子交换分析柱(250 mm×4 mm); Millipore超纯水制备系统; 万分之一电子天平; 超声波清洗器。

1.2 试剂和溶液

草铵膦标准品(已知含量≥99.0%), 草铵膦原药和18%草铵膦水剂, 标样和试样均由江苏好收成韦恩农化股份有限公司提供; 超纯水(电导率为18.2 mΩ·cm)。

1.3 色谱操作条件

淋洗液: 8 mmol/L氢氧化钾水溶液; 流速1.2 mL/min; 柱室温度30℃; 抑制器电流45 mA, 抑制器温度30℃; 进样体积25 μL; 保留时间: 草铵膦约5.7 min; 停止时间: 20 min。草铵膦标样和试样色谱图见图1~3。

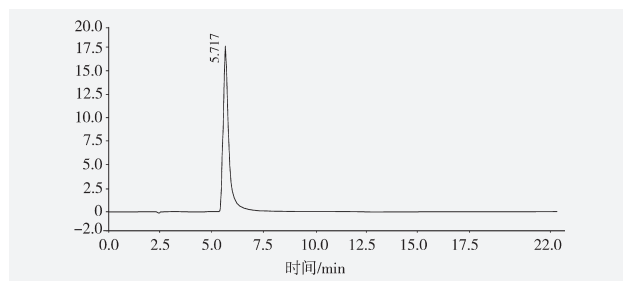


图1 草铵膦标样离子色谱分离图

收稿日期: 2011-05-15, 修返日期: 2011-08-05

作者简介: 包素萍(1967—), 女, 江苏人, 高级工程师, 从事农药、化工分析方法研究和相关产品质量监督检验。Tel: 025-84470313, E-mail: bsp0909@126.com。

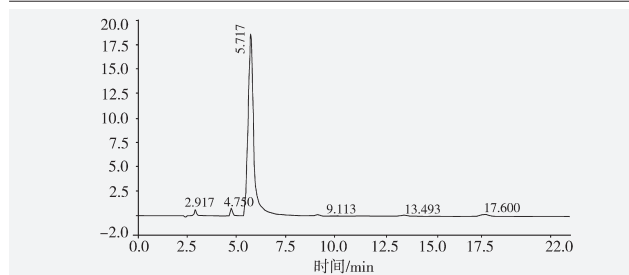


图2 草铵膦原药离子色谱分离图

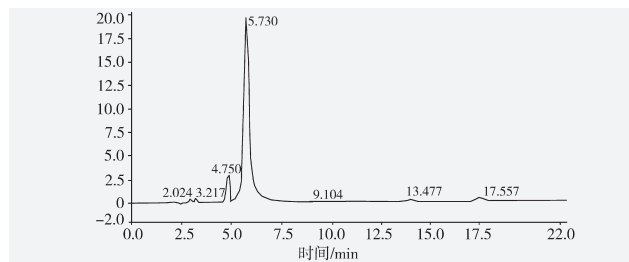


图3 18%草铵膦水剂离子色谱分离图

1.4 测定步骤

1.4.1 标样溶液的配制

称取草铵膦标样约0.05 g(精确至0.000 2 g)置于50 mL容量瓶中,用超纯水溶解并定容后摇匀备用;精确移取上述溶液5 mL置于50 mL容量瓶中,用超纯水溶解并定容后即为标样溶液。

1.4.2 样品溶液的配制

称取含草铵膦约0.05 g(精确至0.000 2 g)试样置于50 mL容量瓶中,用超纯水溶解并定容后摇匀备用;精确移取上述溶液5 mL置于50 mL容量瓶中,用超纯水溶解并定容后即为样品溶液。

1.4.3 测定

在上述色谱条件下,待仪器基线稳定后,先连续注入数针标样溶液,计算各针的响应值,直至相邻2针的相对响应值变化 $\leq 1.5\%$ 后,再按标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

1.4.4 计算

将测得2针试样溶液及试样前后2针标样溶液中的草铵膦峰面积分别进行平均,试样中草铵膦的质量分数 $X(\%)$ 按式(1)计算。

$$X(\%) = \frac{R_2 \times M_1 \times P}{R_1 \times M_2} \quad (1)$$

式中: R_1 为标样溶液中草铵膦峰面积的平均值

R_2 为样品溶液中草铵膦峰面积的平均值

M_1 为草铵膦标样的质量(g)

M_2 为试样的质量(g)

P 为标样中草铵膦的质量分数(%)

2 结果与讨论

2.1 流动相的选择

选择250 mm $\times$ 4 mm AS-11阴离子交换分析柱进行试

验,以氢氧化钾-水系统作为流动相,分别试验了40、30、25、15、8.5 mmol/L的氢氧化钾水溶液作为淋洗液分离分析草铵膦原药及其水剂,结果表明氢氧化钾浓度越高,草铵膦的保留时间越小,在保证有效成分和杂质得到良好分离的前提下兼顾分析周期,最终确定的最佳淋洗液浓度为8 mmol/L的氢氧化钾水溶液。

2.2 分析方法的线性相关性试验

配制一系列不同质量浓度的草铵膦标样溶液,在上述色谱操作条件下,顺序进样分析,记录测定结果。结果表明草铵膦溶液质量浓度介于50~250 mg/L时线性关系良好,以草铵膦的质量浓度(mg/L)为横坐标,测得的峰面积为纵坐标做图,可得到该分析方法的线性关系图,线性回归方程为 $y=0.0575x+0.0028$,线性相关系数 r 为0.9995。

2.3 分析方法精密度测定

对同一草铵膦原药和草铵膦水剂试样分别进行5次重复测定,结果表明标准偏差均小于0.08,变异系数均小于0.15%(见表1)。

表1 分析方法的精密度测定结果

药剂	草铵膦质量分数/%					标准偏差	变异系数/%
	1	2	3	4	5		
草铵膦原药	96.58	96.64	96.56	96.77	96.61	0.08	0.09
18%草铵膦水剂	18.46	18.43	18.44	18.46	18.50	0.03	0.15

2.4 分析方法准确度测定

称取已知含量的草铵膦水剂试样5份,分别添加一定量的标样,在上述色谱条件下进行测定,结果表明:测得该方法测定草铵膦回收率介于99.3%~101.3%之间,平均回收率为100.26%(见表2)。

表2 分析方法回收率测定结果

编号	理论量/g	测得量/g	回收率/%	平均回收率/%
1	0.0587	0.0583	99.32	100.26
2	0.0538	0.0540	100.39	
3	0.0633	0.0636	100.47	
4	0.0592	0.0591	99.83	
5	0.0615	0.0623	101.30	

3 结论

综上所述,采用本方法测定草铵膦原药或18%草铵膦水剂中有效成分草铵膦的质量分数具有很宽的线性响应范围,较高的准确度和精密度,适用于生产企业对产品的质量控制或质检机构进行的产品质量检测。

参考文献:

- [1] 次素英, 郝立根, 何双艳. 草铵膦铵盐的高效液相色谱测定[J]. 农药, 2008, 47(5): 354-356.
- [2] 李维宏, 罗静, 王高升. 草铵膦原药的高效液相色谱分析[J]. 浙江化工, 2009, 40(11): 24-26.

责任编辑: 李新