

文章编号:1003-8701(2013)01-0027-03

杀草悬乳剂中杀草敏含量的 HPLC 法快速分析

于晓萍,姜业朝

(扬州工业职业技术学院,江苏 扬州 225127)

摘要: [目的]建立反相高效液相色谱法对杀草悬乳剂中杀草敏含量进行快速分析。[方法]使用配备了瑞典 Kromasil 100-5-C18 不锈钢色谱柱的日本岛津 10-A VP Plus 高效液相色谱仪,利用高效液相色谱法测定杀草悬乳剂中杀草敏的含量,选用体积比为 40:60 的甲醇-水溶液为流动相;流速控制在 1.0 mL/min;柱温:室温(要求实验过程中温差变化小于 2℃);检测波长 286 nm;进样体积 20 μL。[结果]在 1~100 mg/L 的范围内杀草敏线性关系良好(线性相关系数 0.999852),平均回收率为 100.52%,RSD=0.298%。[结论]此方法可快速测定杀草悬乳剂中杀草敏的含量,具有快速、简便、准确、精密度好,方法新颖等优点。

关键词: 悬乳剂;杀草敏;高效液相色谱法;快速

中图分类号:S482.4

文献标识码:A

Rapid Analysis of Pyrazon Content in Herbicide Suspended Emulsions by HPLC

YU Xiao-ping, JIANG Ye-chao

(Yangzhou Polytechnic Institute, Yangzhou 225127, China)

Abstract: A method for rapid determination of pyrazon content in Herbicide suspended emulsions was developed by RP-HPLC. That is: SHIMADZU 10-A VP Plus HPLC, Sweden Kromasil 100-5-C18 stainless steel HPLC column, mobile phase: methanol + water solution (40:60, by volume); flow rate: 1.0 mL/min; column temperature: room temperature (temperature changes during experiment process is less than 2℃); detection wavelength: 286 nm; injection volume 20 μL. Results showed that a good linear relationship when pyrazon at 1-100 mg/L, the average recovery was 100.52%, RSD was 0.298%. This method can be used for determine pyrazon content in suspended emulsions with the characteristics of fast, simple and accurate, precise, novel means.

Keywords: Suspended emulsions; Pyrazon; HPLC; Fast

杀草敏的中文别名是氯草敏、甜菜灵、氯草啞、辟啞酮(英文名 pyrazon, Phenazon, Pyramin, CAS:1698-60-8),是 20 世纪 60 年代初由德国的巴士夫公司开发的,最初用于甜菜除草^[1-2],2007 年 8 月 14 日,欧盟食品安全局发布对除草剂杀草敏最新风险评估结果,认为其低毒性。由于其药效好,目前在国外得到广泛应用^[3-5],国内目前主要有温州康达化工科技有限公司、济南浩化实业有

限责任公司、江西安利达化工有限公司生产该产品,主要用于出口,在我国应用较少。杀草敏是选择性内吸传导型除草剂,喷洒药剂后杀草敏被杂草幼芽及根系吸收,输导到茎、叶,使杂草死亡。施入土壤的药剂主要通过微生物分解,持效期 6~8 周,对后茬作物无影响。阔叶杂草 3~4 叶期前对杀草敏最敏感。对甜菜等耐药性作物无害,适用于西红柿、黄瓜、洋葱、萝卜、甜菜、马铃薯等作物防除一年生阔叶杂草^[6-8]。杀草敏由于在农业方面的应用时间较短,目前未见有分析方法的报道,本方法建立了以甲醇-水溶液(体积比 40:60)为流动相的新型高效液相色谱分析测定方法,能够快速

收稿日期:2012-09-15

基金项目:江苏省教育厅文件(苏教高[2008]38号)

作者简介:于晓萍(1970-),女,副教授,研究方向:有机合成、仪器分析。

地检测出杀草敏的含量,具有快速、准确、简便、方法新颖,精密度好等优点。

1 材料与方法

1.1 仪器

采用配备了瑞典 AKZO NOBEL 公司 Kro-masil 100-5-C18 不锈钢色谱柱,150 mm×4.6 mm,具有可变波长紫外检测器的岛津 10-A VP Plus 高效液相色谱仪;色谱工作站是岛津液相色谱工作站;20 μ L 的自动进样器;孔径为 0.45 μ m 的过滤器;赛多利斯 cp225D 型十万分之一电子分析天平。

1.2 试剂

杀草敏标准对照品(99.0%,由德国 Dr. Ehrenstorfer GmbH 公司提供);甲醇:色谱纯;新制二次蒸馏水;其余试剂均为分析纯。

杀草敏悬乳剂由江西安利达公司提供,含量约 40%。

1.3 色谱条件

流动相:甲醇-水溶液(体积比 40:60);1.0 mL/min 的流速;柱温:室温(要求温差变化不大于 2℃);检测波长 286 nm;进样体积 20 μ L。在此条件下杀草悬乳剂中各组分能完全分离,杀草敏的保留时间约为 6.8 min,标准品的色谱图见图 1,杀草悬乳剂的色谱图见图 2。

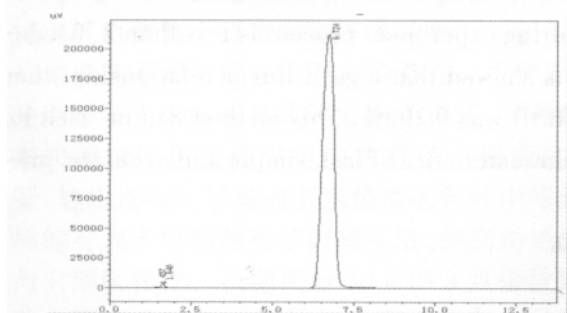


图 1 杀草敏标准品高效液相色谱

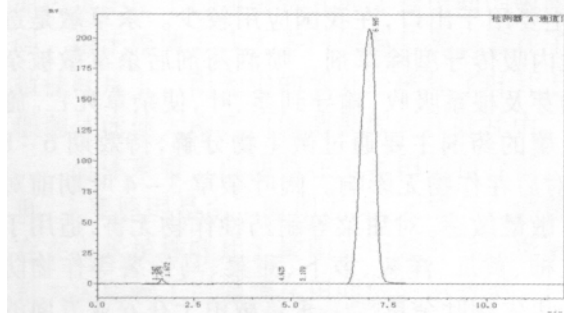


图 2 悬乳剂样品的高效液相色谱

1.4 溶液的配制

1.4.1 杀草敏标准品溶液的制备

称取杀草敏标准品 0.05 g(精确至 0.000 02 g)于 50 mL 容量瓶中,用甲醇超声溶解后定容至刻度,摇匀,吸取 5.00 mL 于 50 mL 容量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀备用,质量浓度为 100 mg/L。

1.4.2 试样溶液的制备

称取相当于 0.05 g(精确至 0.000 02 g)杀草敏的试样,于 50 mL 容量瓶中,用甲醇超声溶解后定容至刻度,摇匀,吸取 5.00 mL 于 50 mL 容量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀备用。

2 结果与讨论

2.1 检测波长的确定

通过扫描杀草敏的紫外吸收光谱曲线(图 3),发现它在 229 nm、286 nm 处均有较好吸收,通过实验综合考虑检测线性范围、检测精密度及回收率,在 286 nm 处测定效果最好,故选择此波长进行检测。

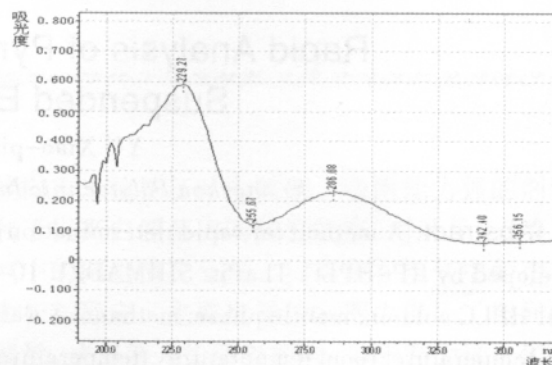


图 3 杀草敏的紫外吸收光谱曲线

2.2 线性关系

精密吸取杀草敏标准品溶液 0.10、0.50、1.00、5.00、10.00 mL 于 10 mL 容量瓶中,加入甲醇稀释至刻度,摇匀。分别吸取各稀释后溶液进样,记录色谱图。

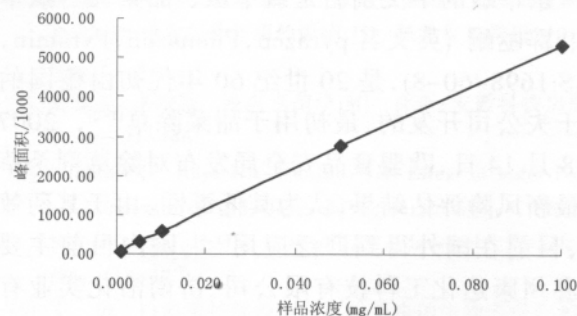


图 4 杀草敏的线性关系曲线

以杀草敏标准品溶液的质量浓度为横坐标,峰面积为纵坐标做出对应的关系曲线,杀草敏的

线性回归方程为 $y=53.421x+28.917$, 相关系数 $r=0.999852$ 。结果表明,在 $1\sim 100\text{ mg/L}$ 的范围内杀草敏的线性良好。

2.3 方法精密度、重现性试验

在选定的色谱操作条件下,对 3 批试样进行了 5 次平行测定,结果杀草敏含量的 RSD 为

0.298%(表 1)。由此可见,在此分析条件下进行分析,标准偏差小,精密度高,而且重现性良好。

2.4 方法的准确度实验

精密称取已知含量的样品共 5 份,分别精密加入杀草敏标准品适量,依法制备供试品溶液,进行测定,计算回收率,结果见表 2。

表 1 杀草敏测定方法的精密度、重现性试验

%

样品	含量					平均值	RSD
	1	2	3	4	5		
1#	39.41	39.89	39.27	39.63	39.48	39.54	0.298
2#	40.10	40.82	40.03	40.98	40.85	40.56	
3#	39.29	39.74	39.31	39.66	39.45	39.49	

表 2 加样回收率试验结果(n=5)

序号	样品含量(mg)	加入量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)	平均回收率(%)
1	1.926	2.008	3.954	101.00	100.52
2	2.063	1.985	4.061	100.65	
3	1.942	1.686	3.655	101.60	
4	2.075	1.883	3.943	99.20	
5	2.029	2.002	4.035	100.20	

3 结 论

建立反相高效液相色谱法对杀草悬乳剂中杀草敏含量进行快速分析的方法,使用配备了瑞典 AKZO NOBEL 公司 Kromasil 100-5-C18 不锈钢色谱柱的日本岛津 10-A VP Plus 高效液相色谱仪,选用体积比为 40:60 的甲醇-水溶液为流动相;流速控制在 1.0 mL/min ;柱温:室温(要求实验过程中温差变化小于 2°C);检测波长 286 nm ;进样体积 $20\mu\text{L}$ 。在 $1\sim 100\text{ mg/L}$ 的范围内杀草敏线性关系良好(线性相关系数 0.999852),平均回收率为 100.52%,RSD=0.298%,该方法实现对杀草悬乳剂中杀草敏含量的快速测定,具有快速、简便、准确、精密度好,方法新颖等优点。

参考文献:

[1] Benfluralin, Carbaryl, Diazinon, Dicrotophos, Fluometuron, Formetanate Hydrochloride, Glyphosate, Metolachlor, Napropamide, Norflurazon, Pyrazon, and Tau-Fluvalinate; Tolerance Actions[S]. 2008, 73(176): 52607-52616.

[2] Benfluralin, Carbaryl, Diazinon, Dicrotophos, Fluometuron, Formetanate Hydrochloride, Glyphosate, Metolachlor, Napropamide, Norflurazon, Pyrazon, and Tau-Fluvalinate; Proposed Tolerance Actions[S]. 2008, 73(99): 29456-29471.

[3] Harrington K C, Southward R C, Kitchen K L. Investigation of herbicides tolerated by Stevia rebaudiana crops [J]. New Zealand Journal of Crop and Horticultural Science, 2011, 39 (1): 21-33.

[4] Nathan J K, Erin C, Karen A R. Weed Management in Glyphosate- and Glufosinate- Resistant Sugar Beet[J]. Weed Technology, 2009, 23(3): 416-424.

[5] Scott L B, Christy L S. Effect of Tillage and Soil-Applied Herbicides with Micro-Rate Herbicide Programs on Weed Control and Sugarbeet Growth [J]. Weed Technology, 2009, 23(2): 264-269.

[6] 杨广玲,王金信,刘伟. 9 种除草剂对花生白绢病菌的影响[J]. 植物保护学报, 2004(4): 406-410.

[7] 李美,高兴祥,高宗军,等. 15 种除草剂防除打碗花、律草效果评价[J]. 农药, 2009(9): 686-688.

[8] 张勇,张成玲,路兴涛,等. 几种土壤处理除草剂室内生物活性及对甘薯的安全性测定[J]. 农药, 2012(3): 218-221.