

◆ 农药分析 ◆

氟咯草酮的高效液相色谱分析

胡天良, 吴升德*, 汤 勇, 范莉莉, 刘百灵, 叶 霖, 谷群远, 王新生

(盐城市产品质量监督检验所, 江苏盐城 224056)

摘要: 采用高效液相色谱法对氟咯草酮进行定量分析, 以甲醇+水(体积比65:35)为流动相, ZORBAX SB-C₁₈不锈钢柱为色谱柱, 252 nm为检测波长。本方法的平均回收率为99.98%, 标准偏差为0.48, 变异系数为0.49%, 线性相关系数为0.999 5。

关键词: 氟咯草酮; 高效液相色谱; 分析

中图分类号: TQ 450.7 文献标志码: A doi: 10.3969/j.issn.1671-5284.2018.01.009

HPLC Analysis of Flurochloridone

HU Tian-liang, WU Sheng-de*, TANG Yong, FAN Li-li, LIU Bai-ling, YE Lin, GU Qun-yuan, WANG Xin-sheng

(Yancheng Products Quality Supervision and Inspection Institute, Jiangsu Yancheng 224056, China)

Abstract: A method for determination of flurochloridone was established by HPLC, methanol and water were used as mobile phase, ZORBAX SB-C₁₈ column was chromatographic column, and UV detection wavelength was 252 nm. The results showed that the average recovery was 99.98%, the standard deviation was 0.48, the variation coefficient was 0.49%, and the linear correlation coefficient was 0.999 5.

Key words: flurochloridone; HPLC; analysis

氟咯草酮(flurochloridone)是美国施多福(现先正达)公司于1985年上市的旱田芽前选择性除草剂, 隶属吡咯烷酮类除草剂。其主要用于向日葵、马铃薯、胡萝卜、西芹、香菜、冬小麦、玉米和甘蔗等作物防除阔叶杂草^[1-2]。氟咯草酮通过抑制类胡萝卜素的合成而起效。目前, 氟咯草酮原药的分析方法未见公开报道。本文采用高效液相色谱法测定氟咯草酮的质量分数, 方法操作简单、快速、准确。

1 试验部分

1.1 仪器和试剂

Agilent 1260高效液相色谱仪, 具有可变波长紫外检测器、自动进样器、安捷伦色谱工作站; 不锈钢色谱柱(150 mm × 4.6 mm), 内装粒径5 μm的ZORBAX SB-C₁₈填充物; Milli-Q超纯水仪。

甲醇为色谱纯, 氟咯草酮标样(99.0%), 购于德国Dr Ehrenstorser GmbH公司; 氟咯草酮原药, 湖北

远成赛创科技有限公司提供。

1.2 色谱分析条件

流动相: 甲醇+水(体积比65:35); 检测波长: 252 nm; 流速: 1.0 mL/min; 进样量: 20 μL; 柱温: 30℃。

1.3 测定步骤^[3]

1.3.1 标样溶液的配制

称取氟咯草酮标样约50 mg(精确至0.000 2 g), 置于50 mL容量瓶中, 用甲醇定容, 摇匀。

1.3.2 试样溶液的配制

称取含氟咯草酮的原药试样约50 mg(精确至0.000 2 g), 置于50 mL容量瓶中, 用甲醇定容后, 摇匀待测。

1.3.3 测定

在上述色谱分析条件下, 待仪器稳定后, 注入数针标样溶液, 直至相邻2针标样溶液峰面积相对变化<1.5%后按标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行分析。

收稿日期: 2017-10-09

作者简介: 胡天良, 男, 工程师, 主要从事农药产品质量分析工作。

通讯作者: 吴升德, 男, 博士, 高级工程师。E-mail: shengdewu@163.com

1.3.4 结果计算

将测得的2针试样溶液及试样前后2针标样溶液中氟咯草酮的峰面积分别进行平均。试样中氟咯草酮的质量分数 $w(\%)$ 按下式计算。

$$w/\% = \frac{m_2 \times A_1 \times P}{A_2 \times m_1}$$

式中 m_1 为试样的质量(g) m_2 为标样的质量(g) A_1 为试样溶液中氟咯草酮峰面积的平均值 A_2 为标样溶液中氟咯草酮峰面积的平均值 P 为标样中氟咯草酮的质量分数(%)。

2 结果与讨论

2.1 液相色谱条件的选择

用紫外检测器对氟咯草酮及其杂质在190~390 nm波长范围内进行扫描,发现氟咯草酮的最大吸收波长在252 nm,此时杂质响应也较灵敏,故选择252 nm作为检测波长。

根据氟咯草酮的理化性质,选择ZORBAX SB-C₁₈色谱柱,并进行不同体积比的流动相筛选试验。经优化,当采用甲醇+水体系(体积比65:35)为流动相,流速为1.0 mL/min时,试样溶液中氟咯草酮和其它杂质分离度和峰形较好。典型的液相色谱图见图1和图2。

2.2 方法的线性关系

称取不同质量的氟咯草酮标样,用甲醇稀释成质量浓度分别为0.05, 0.20, 0.50, 1.0, 2.0 g/L的氟咯

草酮系列标样溶液。按上述色谱条件,分别进样测定峰面积,重复3次,取平均值。以氟咯草酮峰面积为纵坐标,以质量浓度为横坐标,经线性回归得其回归方程为 $y=6\,044.8x-35.971$,相关系数为0.999 5。氟咯草酮在0.05~2.0 g/L范围内线性关系良好。

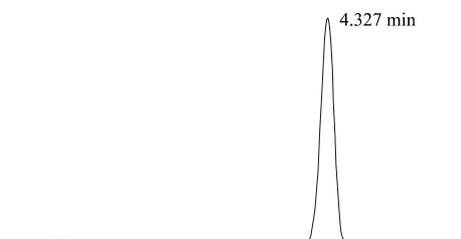


图1 氟咯草酮标样色谱图

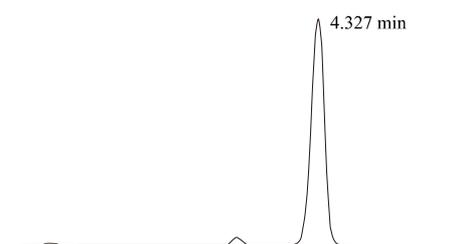


图2 氟咯草酮原药色谱图

2.3 分析方法的精密度试验

称取同一批次氟咯草酮样品5份,按1.3.2中方法配制试样溶液,并在上述色谱条件下进行检测。原药中氟咯草酮质量分数为98.51%,方法的标准偏差为0.48,变异系数为0.49%,见表1。

表1 精密度试验结果($n=5$)

| 有效成分 | 质量分数/% | | | | | 平均值 | 标准偏差 | 变异系数/% |
|------|--------|-------|-------|-------|-------|-------|------|--------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | | | |
| 氟咯草酮 | 98.11 | 99.03 | 98.19 | 99.04 | 98.16 | 98.51 | 0.48 | 0.49 |

2.4 分析方法的准确度试验

称取5份已知质量分数的氟咯草酮原药样品,分别加入不同质量的氟咯草酮标样,在上述操作条件下进行分析,测定加标回收率,结果见表2。氟咯草酮的平均回收率为99.98%,说明该方法具有较好的准确度。

表2 准确度测定结果

| 有效成分 | 加入量/mg | 测定量/mg | 回收率/% | 平均回收率/% |
|------|--------|--------|--------|---------|
| 氟咯草酮 | 10.06 | 9.98 | 99.21 | 99.98 |
| | 21.15 | 21.44 | 101.35 | |
| | 30.65 | 30.94 | 100.94 | |
| | 43.21 | 42.93 | 99.36 | |
| | 55.35 | 54.81 | 99.02 | |

3 结论

本试验建立了氟咯草酮原药的高效液相色谱分析方法。该方法准确可靠,精密度和回收率良好,且测量快速、简便,适用于氟咯草酮原药的质量检测。

参考文献

- [1] 郭文磊,王兆振,谭金妮,等. 氟咯草酮与二甲戊灵或乙草胺复配联合除草作用及其对棉花的安全性[J]. 农药学报, 2016, 18(5): 605-611.
- [2] 王恒智,郭文磊,王兆振,等. 氟咯草酮及其混剂对棉田杂草防除效果及安全性[J]. 中国农学通报, 2016, 32(32): 66-70.
- [3] 李婷,许艳秋,安万霞,等. 蛇床子素的高效液相色谱分析[J]. 现代农药, 2017, 16(2): 34-35; 48. (责任编辑:顾林玲)