

Analysis of Pyrazosulfuron-Ethyl+ Mefenacet 75% WP by HPLC

Seqin Dai¹, Ke Ma¹, Denghui Ni¹, Qing Sun²

¹Maifon Agricultural Chemicals Co., Ltd., Wenzhou Zhejiang

²Zhejiang Yongnong Chemical Industry Co., Ltd., Wenzhou Zhejiang

Email: maifondsq@163.com, 417321636@qq.com

Received: Jul. 1st, 2017; accepted: Jul. 17th, 2017; published: Jul. 20th, 2017

Abstract

A HPLC method was established to analyze Pyrazosulfuron-ethyl and Mefenacet simultaneously in WP formulation, using high performance liquid chromatography, with methanol and water as mobile phase, and ZORBAX SB-C18 5 μm column and ultraviolet detector at a wavelength of 250 nm. The linear correlation coefficients of 0.9995 and 0.9998 were obtained for Pyrazosulfuron-ethyl and Mefenacet, respectively. The standard deviations of 0.063% and 0.089% were obtained with the coefficient of variation of 1.4% and 0.13%. The average recoveries were 100.3%, 100.0%.

Keywords

Pyrazosulfuron-Ethyl, Mefenacet, HPLC, Analysis

75%吡嘧·苯噻酰可湿性粉剂高效液相色谱分析

戴色琴¹, 马克¹, 倪登辉¹, 孙青²

¹美丰农化有限公司, 浙江 温州

²浙江永农化工有限公司, 浙江 温州

Email: maifondsq@163.com, 417321636@qq.com

收稿日期: 2017年7月1日; 录用日期: 2017年7月17日; 发布日期: 2017年7月20日

摘要

建立一种同时分析吡嘧磺隆和苯噻酰草安的高效液相色谱法。采用高效液相色谱法, 以甲醇-水为流动相, 使用ZORBAX SB-C₁₈、5 μm 为填料的不锈钢色谱柱和紫外检测器, 在250 nm波长下对吡嘧磺隆、苯噻酰草胺进行分离和定量分析, 吡嘧磺隆和苯噻酰草胺的线性相关系数分别为0.9995和0.9998; 标准

偏差分别为0.063%和0.089%；变异系数分别为1.4%和0.13%；平均回收率分别为100.3%和100.0%。

关键词

吡嘧磺隆, 苯噻酰草胺, 高效液相色谱, 分析

Copyright © 2017 by authors and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

1. 前言

吡嘧磺隆是一种高效磺酰胺类选择性水田除草剂。有效成分可在水中迅速扩散, 被杂草的根部吸收后传导到植株体内, 阻碍氨基酸的合成。迅速地抑制杂草茎叶部的生长和根部的伸展, 然后完全枯死, 对水稻安全。其药效不受温度影响, 药效持久, 一次性施用, 能控制水稻生长期的多种杂草危害。苯噻酰草胺是选择性内吸传导型酰胺类除草剂, 是细胞生长和分裂抑制剂, 对幼原母细胞的分裂有特别强的抑制作用。主要通过芽鞘和根吸收, 经木质部和韧皮部传导至杂草的幼芽和嫩叶, 阻止杂草生长点细胞分裂伸长, 当禾本科杂草(稗草)接触此药后很快聚集在生长点处。将一定比例的吡嘧磺隆原药、苯噻酰草胺原药、适宜的助剂和填料加工成的可湿性粉剂杀草谱广, 且对水稻生长安全[1] [2]。

目前吡嘧磺隆、苯噻酰草胺的单剂可湿性粉剂已有相关的国家标准和行业标准[3] [4], 未发现有关75%吡嘧·苯噻酰可湿性粉剂产品的分析方法的相关报道, 本文采用高效液相色谱法进行分析, 该方法简单、快速、准确。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. 实验部分

2.1. 仪器和设备

岛津 LC-20A 高效液相色谱仪, 可变波长紫外-可见光检测器; LabSolutions 数据处理系统(日本岛津公司); AE 240 电子天平; SK3200LH 型超声波振荡器。

2.2. 试剂和溶液

甲醇: 色谱纯; 水: 新蒸二次蒸馏水。吡嘧磺隆 $\geq 98.0\%$ (上海农药研究所)提供、苯噻酰草胺标准品质量分数 $\geq 98.0\%$ (上海农药研究所提供), 75%吡嘧·苯噻酰可湿性粉剂(美丰农化有限公司配制)。

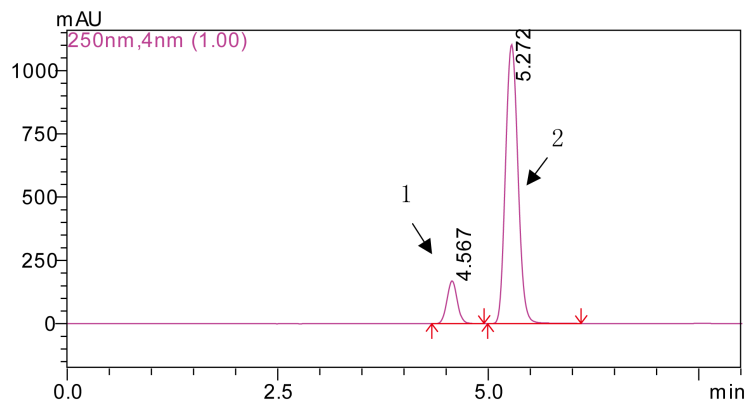
2.3. 仪器操作条件

不锈钢色谱柱: 250 mm \times 4.6 mm (id), ZORBAX SB-C₁₈、5 μ m 填充物; 流动相: ψ (甲醇:水) = (80:20); 流速 1.0 mL/min; 柱温 25 $^{\circ}$ C; 进样量 5 μ L; 检测波长 250 nm。保留时间: 吡嘧磺隆约 4 min, 苯噻酰草胺约 5 min (图 1、图 2)。

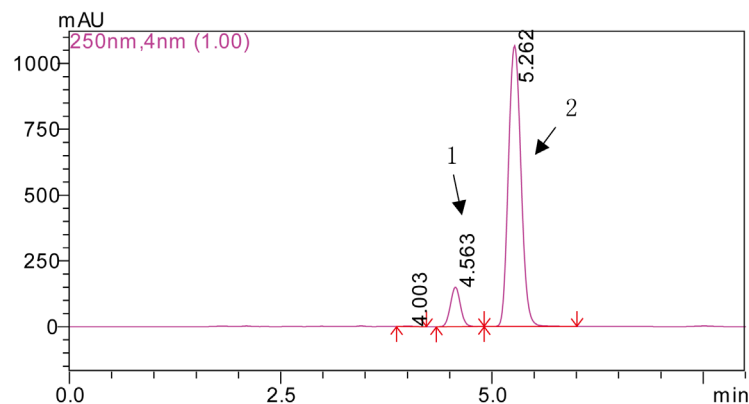
2.4. 操作步骤

2.4.1. 标样溶液的配制

称取约 0.007 g 的吡嘧磺隆标样(精确至 0.00002 g), 0.1 g 左右的苯噻酰草胺标样(精确至 0.0002 g), 置于 50 mL 具塞容量瓶中, 用甲醇溶解并稀释至刻度, 超声振荡脱气 10 min, 静置降至室温, 用甲醇补



1: 吡嘧磺隆, 2: 苯噻酰草胺

Figure 1. 75% Pyrazosulfuron-ethyl and Mefenacet standard sample chromatogram**图 1.** 75%吡嘧·苯噻酰标样色谱图

1: 吡嘧磺隆, 2: 苯噻酰草胺

Figure 2. 75% Pyrazosulfuron-ethyl and Mefenacet sample chromatogram**图 2.** 75%吡嘧·苯噻酰试样色谱图

加至刻度, 摇匀; 移取以上标样溶液 10.00 mL 于 50 mL 容量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀, 备用。

2.4.2. 试样溶液的配制

称取约 0.15 的试样(精确至 0.0002 g), 置于 50 mL 具塞容量瓶中, 用甲醇溶解, 超声振荡脱气 10 min, 静置降至室温, 用甲醇补加至刻度, 摇匀; 移取该溶液 10.00 mL 于 50 mL 容量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀。进样前用 0.45 μm 孔径滤膜过滤, 备用。

2.4.3. 测定

按上述色谱条件, 待仪器稳定后, 进几针标样溶液, 到相邻 2 针的相对响应值变化 < 1.0% 后, 按标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液顺序进样, 标样溶液及试样溶液色谱图(图 1、图 2)。

2.4.4. 计算

将测得的两针试样溶液以及试样溶液前后两针标样溶液中吡嘧磺隆、苯噻酰草胺峰面积进行平均。试样中吡嘧磺隆、苯噻酰草胺的质量分数 χ (%), 按(1)式计算:

$$\chi = \frac{A_2 \times m_1 \times \rho}{A_1 \times m_2} \quad (1)$$

式中： A_1 ——标样溶液中吡啶磺隆(或苯噻酰草胺)峰面积的平均值；
 A_2 ——试样溶液中吡啶磺隆(或苯噻酰草胺)峰面积的平均值；
 m_1 ——吡啶磺隆(或苯噻酰草胺)标样的质量，单位为克(g)；
 m_2 ——试样的质量，单位为克(g)；
 ρ ——标样中吡啶磺隆、苯噻酰草胺的质量分数，%。

3. 结果与讨论

3.1. 实验条件的选择

3.1.1. 流动相的选择

实验中分别用了甲醇 + 水在不同比例进行选择比较，经测定，发现流动相 ψ (甲醇:水) = (80:20)，流速 1.0 mL/min 时，各组分均能得到很好的分离，且基线平稳，峰型对称(图 1)。

3.1.2. 柱温的选择

实验中分别做了 25℃、30℃、40℃ 三个温度下的相关实验，发现吡啶磺隆、苯噻酰草胺在不同柱温下都能得到很好的峰型，随着温度的变化保留时间变化不大，考虑到室内温度通常为 25℃ 左右，所以本方法柱温为 25℃。

3.1.3. 波长的选择

通过岛津 SPD-M20A 高效液相色谱仪的光谱数据采集功能，获得吡啶磺隆的紫外波长扫描图(图 3)，苯噻酰草胺的紫外波长扫描图(图 4)。从图 3 中可以看到吡啶磺隆的最大吸收波长在 202 nm、242 nm 附近，从图 4 中可以看到苯噻酰草胺在 200~250 nm 都有较大吸收，但在 200~220 nm 时，流动相有较大吸收，最后确定本方法选择检测波长为 250 nm。

3.2. 分析方法的线性相关性试验

称 0.013 g 吡啶磺隆标准品(精确至 0.0002 g)于 50 mL 容量瓶用甲醇定容，用移液管移取 1.0、3.0、5.0、7.0、9.0 分别置于 50 mL 容量瓶用甲醇定容；称 0.2 g 苯噻酰草胺标准品(精确至 0.0002 g)分别置于 50 mL 容量瓶用甲醇定容，用移液管移取 1.0、5.0、10.0、15.0、20.0 分别置于 50 mL 容量瓶用甲醇定容；在上述色谱条件下进行测定，以浓度为横坐标，以峰面积为纵坐标作标准曲线，求得吡啶磺隆线性方程为 $y = 1E+07x - 9111.5$ ，相关系数为 $r^2 = 0.9995$ ，苯噻酰草胺线性方程为 $y = 9E+06x + 32350$ ，相关系数为 $r^2 = 0.9998$ 。

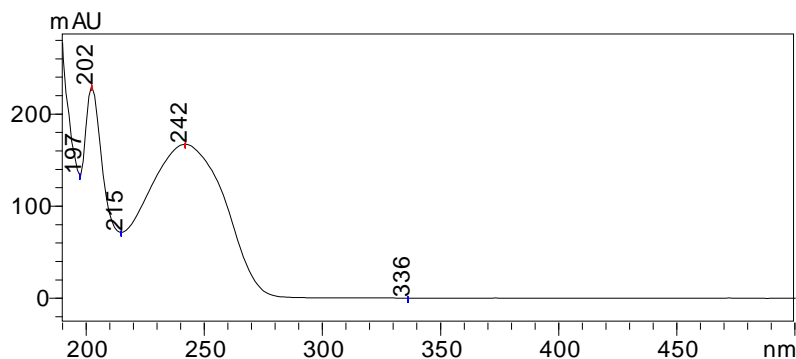


Figure 3. Ultraviolet wavelength scanning chart of Pyrazosulfuron-ethyl
 图 3. 吡啶磺隆的紫外波长扫描图

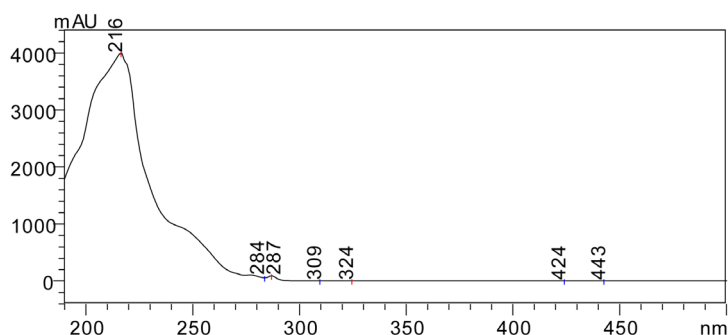


Figure 4. Ultraviolet wavelength scanning chart of Mefenacet

图 4. 苯噻酰草胺的紫外波长扫描图

Table 1. Results of precision test of 75% Pyrazosulfuron-ethyl and Mefenacet wattle powder

表 1. 75%吡嘧·苯噻酰可湿性粉剂精密度试验结果

编号	1	2	3	4	5	6	平均值	标准偏差	变异系数%
吡嘧磺隆(%)	4.5	4.6	4.5	4.5	4.6	4.5	4.5	0.063	1.4
苯噻酰草胺(%)	70.6	70.5	70.7	70.5	70.6	70.5	70.6	0.089	0.13

Table 2. Test results of accuracy of 75% Pyrazosulfuron-ethyl and Mefenacet wattle powder

表 2. 75%吡嘧·苯噻酰可湿性粉剂准确度试验结果

编号	组分	已知量(mg)	添加量(mg)	实测值	回收率%	平均回收率%
1	吡嘧磺隆	4.441	0.538	4.981	100.37	吡嘧磺隆 100.3
	苯噻酰草胺	71.094	5.964	77.059	100.02	
2	吡嘧磺隆	4.091	0.538	4.627	99.63	吡嘧磺隆 100.3
	苯噻酰草胺	71.235	5.964	77.275	101.27	
3	吡嘧磺隆	4.011	0.538	4.551	100.37	吡嘧磺隆 100.3
	苯噻酰草胺	71.377	5.964	77.284	99.04	
4	吡嘧磺隆	3.923	0.538	4.466	100.93	吡嘧磺隆 100.0
	苯噻酰草胺	70.812	5.964	76.793	100.29	
5	吡嘧磺隆	3.803	0.538	4.342	100.19	吡嘧磺隆 100.0
	苯噻酰草胺	70.953	5.964	76.891	99.56	

3.3. 方法的精密度、准确度

从同一产品准确称取 6 个 75%吡嘧·苯噻酰可湿性粉剂试样,按上述分析条件测得吡嘧磺隆平均含量为 4.5%,标准偏差为 0.063,变异系数为 1.4%,苯噻酰草胺平均含量为 70.6%,标准偏差为 0.089,变异系数为 0.13% (表 1)。

在已知含量的试样中分别加入一定质量的吡嘧磺隆、苯噻酰草胺标准品配成 5 个已知样,在相同的色谱条件下进行测定,吡嘧磺隆的平均回收率为 100.3%,苯噻酰草胺的平均回收率为 100.0 (表 2)。

4. 结论

通过实验表明,利用高效液相色谱法对 75%吡嘧·苯噻酰可湿性粉剂中吡嘧磺隆和苯噻酰草胺的含量进行分析,分离效果好,准确度和精密度高,方法具有无干扰,方便快速的特点。

参考文献 (References)

- [1] 艾祯仙, 周朝霞, 等. 50%吡嘧·苯噻酰可湿性粉剂防除水稻移栽田杂草效果研究[J]. 现代农业科技, 2012(9): 159-159.
- [2] 贾忠建, 丁益峰. 68%吡嘧·苯噻酰防除水稻杂草试验总结[J]. 今日农药, 2009(9): 18-20.
- [3] 全国技术委员会. HG 3720-2003 50%苯噻酰草胺可湿性粉剂[S]. 北京: 中国标准出版社, 2003.
- [4] 全国技术委员会. GB 22170-2008 吡嘧磺隆可湿性粉[S]. 北京: 中国标准出版社, 2008.

期刊投稿者将享受如下服务:

1. 投稿前咨询服务 (QQ、微信、邮箱皆可)
2. 为您匹配最合适的期刊
3. 24 小时以内解答您的所有疑问
4. 友好的在线投稿界面
5. 专业的同行评审
6. 知网检索
7. 全网络覆盖式推广您的研究

投稿请点击: <http://www.hanspub.org/Submission.aspx>

期刊邮箱: hjas@hanspub.org