

# 除草剂中特丁津含量的 HPLC 法快速分析

虞 雷<sup>1</sup>, 于晓萍<sup>2</sup>

(1. 扬州联发检测有限公司, 江苏 扬州 225001; 2. 扬州工业职业技术学院, 江苏 扬州 225127)

**摘要:** 目前国内对除草剂中特丁津含量分析的方法尚无国家标准或行业标准, 国际杀虫剂分析协作委员会(CIPAC)采用的含量检验方法为气相色谱法, 分离效果不稳定。鉴于此, 以 Shimadzu 10 A VP Plus 高效液相色谱仪和 Kromasil 100 5 C18 不锈钢色谱柱建立了测定特丁津含量的高效液相色谱分析方法, 流动相: 甲醇-水 (70 : 30), 流速: 1.0 mL/min, 柱温: 室温, 检测波长: 224 nm, 进样量 20  $\mu$ L。测定结果表明, 特丁津在 2~100 mg/L 的范围内线性关系良好 ( $r=0.999995$ ), 平均回收率为 99.78% ( $RSD=0.00042$ )。该方法简便、新颖, 具有准确、快速、精密度好等优点。

**关键词:** 除草剂; 特丁津; 高效液相色谱分析

中图分类号: O657.7<sup>+</sup>2 文献标识码: A 文章编号: 1004-3268(2011)10-0153-03

## Rapid HPLC Analysis of Terbutylazine Content in Herbicide Active Ingredient

YU Lei<sup>1</sup>, YU Xiao ping<sup>2</sup>

(1. Yangzhou Lianfa Analysis Co., Ltd., Yangzhou 225001, China;

2. Yangzhou Polytechnic Institute, Yangzhou 225127, China)

**Abstract:** At present, there are no national standards or industry standards for content analysis of terbutylazine. The regular test method by CIPAC is gas chromatography, which flaw is separation instability. This study provided a determination method by high performance liquid chromatography (HPLC), using Shimadzu 10 A VP Plus HPLC apparatus with Kromasil 100 5 C18 stainless steel column, mobile phase: methanol-water (70 : 30), flow rate: 1.0 mL/min, column temperature: room temperature, a detective wave length: 224 nm, and injection volume of 20  $\mu$ L. Determination results indicated that with the method terbutylazine had a good linear relationship within 2~100 mg/L ( $r=0.999995$ ), and the average recovery was 99.78% ( $RSD=0.00042$ ). The novel method possessed the advantages of simple, accurate, fast and precise.

**Key words:** Herbicide; Terbutylazine; High performance liquid chromatography (HPLC)

特丁津 (terbutylazine, CAS: 5915-41-3) 是一种三嗪类除草剂<sup>[1,2]</sup>, 主要通过植株根吸收达到除草的效果, 于芽前施用, 用于防除大多数杂草, 也可选择性地防除柑橘、玉米和葡萄园杂草<sup>[3,4]</sup>。目前, 国内对其含量分析的方法尚无国家标准或行业标准, 国际杀虫剂分析协作委员会 (CIPAC) 采用的含量检验方法

(CIPAC 234) 为气相色谱法, 使用 3% 聚乙二醇的固定液/红色硅藻土 148~185  $\mu$ m 的气相色谱载体填充色谱柱和带火焰离子化检测器测定特丁津的含量。国内的生产厂家和检测机构多采用此方法检测特丁津的含量, 但分离效果不稳定, 特别是在测定复杂的特丁津和异丙甲草胺合剂中<sup>[5,6]</sup> 特丁津含量时, 采用

收稿日期: 2011-04-29

基金项目: 江苏省教育厅项目 (苏教高[2008]38号)

作者简介: 虞 雷 (1973), 男, 江苏扬州人, 助理工程师, 本科, 主要从事有机合成、仪器分析工作。E-mail: yl@lianfalab.com

©1994-2015 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

气相色谱法无法有效地分离特丁津和异丙甲草胺主峰,在此分离效果下,也无法有效地检测特丁津的含量。鉴此,本研究建立了测定特丁津含量的高效液相色谱(HPLC)分析法,不仅适用于特丁津单一除草剂的含量分析,而且适用于较为常见的特丁津和异丙甲草胺合剂中特丁津含量的分析。

1 材料和方法

1.1 仪器

Shimadzu 10 A VP Plus 高效液相色谱仪(日本 Shimadzu 公司),具有可变波长紫外检测器;Kromasil 100 5 C18 不锈钢色谱柱(瑞典 Akzo Nobel 公司),4.6 mm×250 mm;Shimadzu LC Solution 色谱工作站;20 μL 进样器;孔径为 0.45 μm 的过滤器;Sartorius CP225D 型十万分之一电子分析天平。

1.2 试剂

特丁津标准对照品(98.5%),由上海市农药研究所检测中心提供;甲醇:色谱纯;新制二次蒸馏水;其余试剂均为分析纯。

1.3 溶液的配制

1.3.1 特丁津标准品溶液的制备 称取特丁津标准对照品 0.1015 g(精确至 0.0002 g),置于 100 mL 容量瓶中,加入适量甲醇,在超声波浴中振荡 5 min,恢复至室温,用甲醇定容至刻度,摇匀,取 5.00 mL 移至 50 mL 容量瓶中,用甲醇定容至刻度,摇匀备用,质量浓度为 100.0 mg/L。

1.3.2 试样溶液的制备 称取相当于 0.1 g(精确至 0.0002 g)特丁津的试样,置于 100 mL 容量瓶中,加入适量甲醇,在超声波浴中振荡 5 min,恢复至室温,用甲醇定容至刻度,摇匀,取 5.00 mL 移至 50 mL 容量瓶中,用甲醇定容至刻度,摇匀备用。

1.4 色谱条件

流动相:甲醇:水=70:30(V/V);流速:1.0 mL/min;柱温:室温;检测波长:190~400 nm;进样量 20 μL。

1.5 特丁津有效成分质量分数的计算

绝对校正因子  $f$  按式(1)计算:

$$f = \frac{C_s}{A_s} \tag{1}$$

式中,  $C_s$  为 标样溶液中特丁津的质量浓度(g/mL),  $A_s$  为标样溶液中特丁津的峰面积。计算平均绝对校正因子  $f$ , 相对标准偏差应不大于 1%。

特丁津有效成分质量分数  $w_i$  按式(2)计算:

$$w_i = \frac{A_i \times f \times w_s}{C_i} \tag{2}$$

式中,  $A_i$  为试样溶液中特丁津的峰面积,  $C_i$  为试样溶液中样品的质量浓度(g/mL),  $f$  为平均绝对校正因子,  $w_s$  为特丁津标样的质量分数。

2 结果与分析

2.1 特丁津检测波长的确定

对特丁津在紫外波长 190~400 nm 的范围内进行扫描,其最大吸收波长为 224 nm,选择在此波长处进行特丁津的检测。在本试验设定的条件下,特丁津样品与干扰物质完全分离,特丁津保留时间约为 11.8 min,异丙甲草胺保留时间约为 21.1 min(图 1、图 2)。

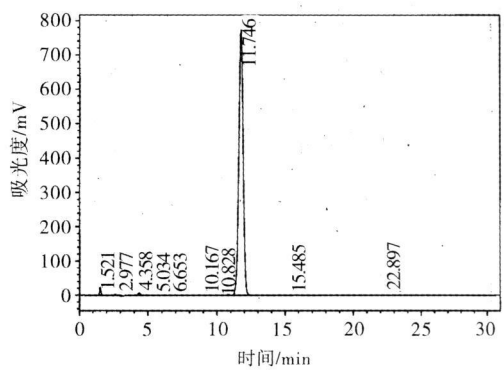


图 1 特丁津标准品高效液相色谱分析结果

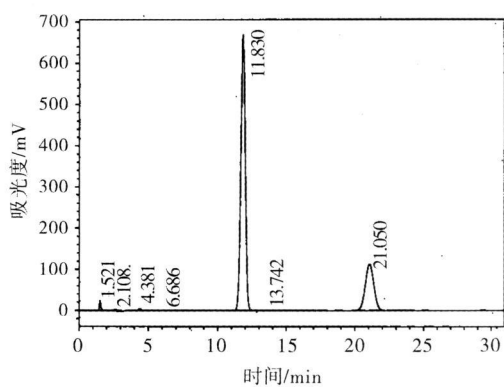


图 2 特丁津和异丙甲草胺合剂高效液相色谱分析结果

2.2 特丁津线性关系考察

精密吸取特丁津标准品溶液 0.20、1.00、2.00、5.00、10.00 mL 于 10 mL 容量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀。分别吸取各稀释液进样,记录色谱图。以特丁津标准品溶液的质量浓度为横坐标,峰面积为纵坐标绘制对应的关系曲线(图 3),特丁津的线性回归方程为:  $y = 33.027 + 2.1253x$ , 相关系数  $r = 0.999995$ 。表明采用该方法测定时,特丁津含量在 2~100 mg/L 内线性关系良好。

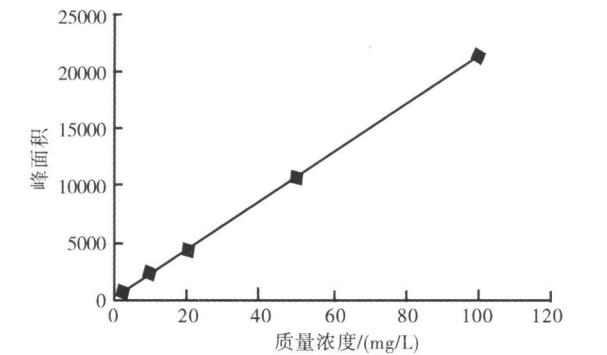


图 3 特丁津的线性关系曲线

2. 3 测定方法的精密度、重现性

在上述色谱操作条件下,对 3 批试样分别进行 5 次平行测定,测得特丁津含量的平均标准偏差(RSD)为 0.00042,平均变异系数为 0.2095%,具体数据见表 1。由此可见,在此分析条件下进行特丁津含量的测定,标准偏差小,精密度高,而且重现性好。

2. 4 测定方法的准确度

取 5 个已知含量的样品,在上述色谱操作条件下分别进行测定,并计算特丁津的回收率,结果见表 2,特丁津回收率平均值为 99.78%。

表 1 测定方法的精密度试验结果

样品	特丁津含量 /%					平均值 /%	标准偏差	变异系数 /%
	1	2	3	4	5			
1	18.93	18.90	18.85	18.92	18.89	18.90	0.00031	0.1648
2	18.74	18.79	18.82	18.84	18.79	18.80	0.00038	0.2012
3	18.99	19.09	19.03	18.96	19.03	19.02	0.00058	0.2625

表 2 测定方法的准确度试验结果 %

样品	特丁津理论值	特丁津实测值	回收率
1	18.92	18.87	99.74
2	18.95	18.86	99.53
3	19.03	19.12	100.47
4	19.09	19.01	99.58
5	18.98	18.90	99.58

3 结论

本研究以 Shimadzu 10 A VP Plus 高效液相色谱仪和 Kromasil 100 5 C18 不锈钢色谱柱建立了测定特丁津含量的高效液相色谱分析方法,流动相:甲醇水(70 :30),流速:1.0mL/min,柱温:室温,检测波长:224 nm,进样量 20 $\mu$ L。特丁津在 2~100mg/L 的范围内线性关系良好( $r=0.999995$ ),平均回收率为 99.78%,RSD=0.00042。该方法简便、新颖,具有准确、快速、精密度好等优点。

参考文献:

[ 1 ] 王贵启,张秀仿.特丁津对玉米的安全性研究[ Q ] //江树人.农药与环境安全国际会议论文集.北京:中国农业大学出版社,2005:510-513.

[ 2 ] 连玉朱,王金信,李龙森,等.特丁津与扑草净、莠去津活性比较[ J ].农药科学与管理,2005(11):27-29.

[ 3 ] Khambay P S. Strategies to overcome resistance to pyrethroids[ Q ] //江树人.农药与环境安全国际会议论文集.北京:中国农业大学出版社,2005:37.

[ 4 ] Zhou Z, Pan G, Qian C. Research progress in CAU: methodology development of pesticide analysis and their application in agro products and environment[ C ] //江树人.农药与环境安全国际会议论文集.北京:中国农业大学出版社,2005:63-64.

[ 5 ] 吴来清,周省金,姜斌.异丙甲草胺的气相色谱分析[ J ].农药,1997(6):35-36.

[ 6 ] 徐会君,李青,鲍长利.气相色谱法测定食品中异丙甲草胺残留量的样品前处理方法[ J ].山东理工大学学报:自然科学版,2005,19(1):68-71.