

◆ 农药分析 ◆

40%烯酰·氟啶胺悬浮剂高效液相色谱分析

李玉霞

(山西省应用化学研究所, 山西省化肥农药产品质量监督检验站, 太原 030027)

摘要:采用高效液相色谱法,以乙腈和冰乙酸水溶液为流动相,使用C₁₈色谱柱和紫外可变波长检测器,在240 nm波长下对40%烯酰·氟啶胺悬浮剂中的有效成分同时进行分离和定量分析。结果表明,烯酰吗啉和氟啶胺的线性相关系数分别为0.999 6和0.999 4,标准偏差分别为0.078和0.065,变异系数分别为0.51%和0.26%,平均回收率分别为99.58%和99.76%。

关键词:烯酰吗啉;氟啶胺;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.1671-5284.2017.04.010

Determination of Dimethomorph + Fluazinam 40% SC by HPLC

LI Yu-xia

(Shanxi Quality Supervision and Inspection Station of Fertilizer and Pesticide Products, Shanxi Institute of Applied Chemistry, Taiyuan 030027, China)

Abstract: A method for separation and quantitative analysis of dimethomorph and fluazinam in 40% SC by HPLC was described, using acetonitrile and acetic acid solution as mobile phase, on C₁₈ column with UV detector at 240 nm wavelength. The results showed that the linear correlation coefficients of dimethomorph and fluazinam were 0.999 6 and 0.999 4, the standard deviations were 0.078 and 0.065, the coefficients of variation were 0.51% and 0.26%, the average recoveries were 99.58% and 99.76%, respectively.

Key words: dimethomorph; fluazinam; HPLC; analysis

40%烯酰·氟啶胺悬浮剂是由烯酰吗啉(dimethomorph)和氟啶胺(fluazinam)2种杀菌剂复配而成。烯酰吗啉具有内吸性,通过抑制卵菌细胞壁的形成而起效^[1]。氟啶胺通过抑制孢子萌发、生长和形成而起效,对孢子所有阶段的感染均有效^[2]。目前,2种单剂的分析检测方法已有报道,但二者复配产品的同条件检测方法尚未见报道^[3-5]。本文采用高效液相色谱法,选择C₁₈反相柱和紫外可变波长检测器,对两者复配剂40%烯酰·氟啶胺悬浮剂中有效成分进行分离测定。该方法稳定、准确,重现性好,是一种实用的分析方法。

1 试验部分

1.1 试剂和仪器

乙腈(色谱级)、冰乙酸、超纯水、烯酰吗啉标样

(≥98.4%)、氟啶胺标样(≥99.5%),上海市农药研究所;40%烯酰·氟啶胺悬浮剂(15%烯酰吗啉+25%氟啶胺),甘肃华实农业科技有限公司提供。UltiMate 3000高效液相色谱仪,具紫外可变波长检测器和自动进样器,过滤器,滤膜孔径0.22 μm。

1.2 高效液相色谱操作条件

流动相:乙腈+0.2%冰乙酸水溶液(体积比60:40);流量:1.0 mL/min;柱温:室温;检测波长:240 nm;进样体积:5.0 μL。在上述条件下,烯酰吗啉E型保留时间约为5.6 min,Z型保留时间约为5.9 min,氟啶胺保留时间约为25.0 min。标样和样品高效液相色谱图见图1、图2。

1.3 测定步骤

1.3.1 标样溶液的制备

称取烯酰吗啉标样0.03 g、氟啶胺标样0.05 g(精

收稿日期:2017-04-21

作者简介:李玉霞(1964—),女,高级工程师,主要从事农药分析研究。E-mail: sxlyx606@163.com

确至0.000 2 g) ,置于同一50 mL容量瓶中 ,用乙腈稀释至刻度 ,超声波振荡5 min使标样溶解 ,冷却至室温 ,备用。

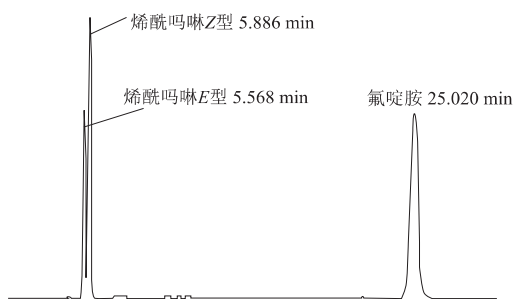


图1 烯酰吗啉、氟啶胺标样的高效液相色谱图

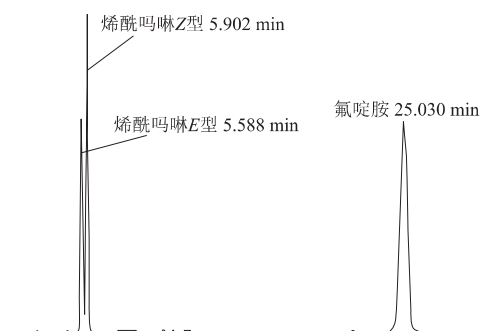


图2 40%烯酰·氟啶胺悬浮剂的高效液相色谱图

1.3.2 试样溶液的制备

将试样充分混匀后称取约0.2 g(精确至0.000 2 g) ,置于50 mL容量瓶中 ,用乙腈稀释至刻度 ,超声波振荡5 min使试样溶解 ,冷却至室温。用0.22 μm滤膜过滤后备用。

1.3.3 测定

在上述操作条件下 ,待仪器稳定后 ,连续注入数针标样溶液 ,直至相邻2针的烯酰吗啉(或氟啶胺)峰面积相对响应值变化小于1.5% ,按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

1.3.4 计算

将测得的2针试样溶液以及试样溶液前后2针标样溶液中烯酰吗啉(或氟啶胺)峰面积分别进行平均。试样中烯酰吗啉(或氟啶胺)质量分数 $w(\%)$ 按下式计算。

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

式中 : A_1 —标样溶液中 ,烯酰吗啉(或氟啶胺)峰面积的平均值 ; A_2 —试样溶液中 ,烯酰吗啉(或氟啶胺)峰面积的平均值 ; m_1 —烯酰吗啉(或氟啶胺)标样的质量 ,g ; m_2 —试样的质量 ,g ; P —标样中烯酰吗啉(或氟啶胺)的质量分数 ,%。

2 结果与讨论

2.1 色谱条件选择

分别选用了甲醇+水、乙腈+水作为流动相进行比较。结果发现 ,以乙腈+水(体积比60:40)为流动相 ,分离效果较满意 ,但色谱峰峰型不佳。加入冰乙酸调节酸度后 ,峰型尖锐。因此 ,选用乙腈+0.2%冰乙酸水溶液(体积比60:40)作为流动相。

在200~300 nm波长范围内采用紫外可变波长检测器进行检测。在240 nm处 ,烯酰吗啉和氟啶胺响应值、峰面积比例均较合适 ,所以选用240 nm为检测波长。

2.2 方法的线性相关性测定

配制一系列不同质量浓度的标样溶液进样分析 ,并以质量浓度为横坐标 ,峰面积为纵坐标 ,绘制标准曲线(见图3、图4) ,计算其线性方程。烯酰吗啉的线性方程为 $y=162.91x+0.1310$,相关系数为0.999 6 ;氟啶胺的线性方程为 $y=148.57x-0.3208$,相关系数为0.999 4。

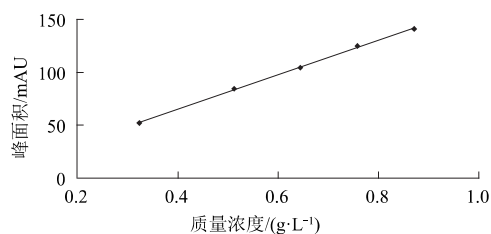


图3 烯酰吗啉线性相关性曲线

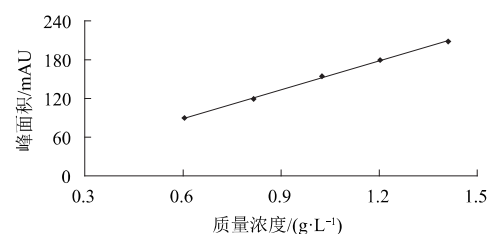


图4 氟啶胺线性相关性曲线

2.3 方法的精密度试验

准确称取同一样品的5个平行样 ,按上述色谱条件进行测定 ,计算烯酰吗啉和氟啶胺的标准偏差和变异系数。烯酰吗啉和氟啶胺变异系数分别为0.51%和0.26%(见表1)。

2.4 方法的准确度试验

在已知含量的试样中 ,分别加入一定量的烯酰吗啉和氟啶胺标样进行回收率测定。测得烯酰吗啉和氟啶胺的平均回收率分别为99.58%和99.76%(见表2)。

表1 40%烯酰·氟啶胺悬浮剂精密度测定结果

有效成分	质量分数/%	平均值/%	标准偏差	变异系数/%
烯酰吗啉	15.39	15.43	0.078	0.51
	15.46			
	15.41			
	15.37			
	15.54			
氟啶胺	25.08	25.05	0.065	0.26
	24.96			
	25.01			
	25.09			
	25.12			

表2 回收率测定结果

有效成分	理论值/mg	实测值/mg	回收率/%	平均回收率/%
烯酰吗啉	14.8	14.9	100.68	99.58
	15.0	14.7	98.00	
	15.4	15.6	101.30	
	15.1	15.0	99.34	
	14.3	14.1	98.60	
氟啶胺	23.4	23.6	100.85	99.76
	24.1	23.8	98.76	
	23.9	24.0	100.42	
	23.7	23.5	99.16	
	24.5	24.4	99.59	

(上接第14页)

性研究。该化合物对水稻纹枯病、黄瓜白粉病、大豆锈病具有很好的防治效果。本文对氟唑菌酰胺的研究开发具有重要意义。

参考文献

- [1] 柏亚罗. 敢与“最好”叫板的杀菌剂——巴斯夫氟唑菌酰胺 [DB/OL]. (2015-09-18) [2017-04-01]. <http://www.agroinfo.com>.

3 结论

该方法操作简便,较高的准确度和精密度能够满足定量分析的检验要求,可用于烯酰吗啉和氟啶胺复配制剂的质量控制。

参考文献

- [1] 邱利平, 苏华, 陈国珍, 等. 烯酰吗啉的高效液相色谱分析 [J]. 应用化工, 2016, 45 (6): 1191-1192.
- [2] 姜宜飞. 氟啶胺高效液相色谱分析方法研究 [J]. 农药科学与管理, 2005, 26 (8): 8-10.
- [3] 成妙金. 40%烯酰·异菌脲悬浮剂液相色谱定量分析 [J]. 世界农药, 2013, 35 (2): 56-57.
- [4] 董广新, 周惠中, 崔勇, 等. 20%氟吗啉·氟啶胺悬浮剂的高效液相色谱分析 [J]. 农药, 2016, 55 (1): 36-38.
- [5] 徐妍, 范腾飞, 吴学民. 40%烯酰·双脲氟悬浮剂高效液相色谱分析 [J]. 现代农药, 2010, 9 (6): 25-27.

(责任编辑:顾林玲)

cn/other_detail_1965.html.

- [2] 仇是胜, 柏亚罗. 琥珀酸脱氢酶抑制剂类杀菌剂的研发进展 () [J]. 现代农药, 2014, 13 (6): 1-7.
- [3] Phillips McDougall. AgriService Products Section—2015 Market [R]. Phillips McDougall—AgriService, 2015.
- [4] MacBean C, 胡笑彤. 农药手册(原著第16版) [M]. 化学工业出版社, 2015: 502-503.

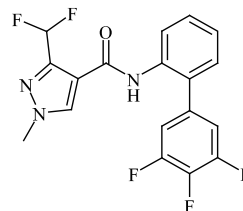
(责任编辑:顾林玲)

巴斯夫将在法国上市杀菌剂 Sercadis

2017—2018年种植季,巴斯夫将在法国上市杀菌剂Sercadis。其活性成分为氟唑菌酰胺(fluxapyroxad),商品名Xemium(300 g/L)。Sercadis为悬浮剂,主要用于防治马铃薯丝核菌属(*Rhizoctonia* spp)引起的病害以及马铃薯银腐病(*Helminthosporium solani*)。Sercadis是目前唯一一款用于马铃薯块茎的种子处理杀菌剂,防治种传和土传病害。

氟唑菌酰胺为巴斯夫公司发现的联苯吡唑酰胺类杀菌剂,它能抑制孢子发芽、芽孢管伸长、菌丝体生长和孢子形成,可有效防治谷物、大豆、玉米、油菜、果树、蔬菜、甜菜、花生、棉花、草坪和特种作物等的主要病害。2009年12月,巴斯夫向英国、法国、德国提交了氟唑菌酰胺的登记申请,2011年10月,基于氟唑菌酰胺的复配产品Adexar(氟唑菌酰胺+氟环唑)首先在英国登记,用于谷物;同月,在法国和德国取得登记,也用于谷物。

2013年1月1日,氟唑菌酰胺被列入欧盟农药登记条例(1107/2009)已登记有效成分名单,有效期至2022年12月31日,英国为其文件起草国。



(陈晨译自《AGROW》)