

◆ 农药分析 ◆

丁香菌酯原药的高效液相色谱分析

张立

(沈阳化工研究院有限公司 沈阳 110021)

摘要:建立一种采用高效液相色谱检测丁香菌酯原药的方法。采用反相高效液相色谱,以乙腈-水为流动相,使用Agilent Eclipse XDB-C₁₈色谱柱和紫外检测器,对丁香菌酯原药进行分离和测定。丁香菌酯线性相关系数为0.999 8,变异系数为0.12%,标准偏差为0.12,平均回收率为99.96%。该方法快速、准确,分离效果好。

关键词:丁香菌酯;高效液相色谱;定量分析

中图分类号:TQ 450.7 文献标志码:A doi:10.3969/j.issn.1671-5284.2017.04.009

Determination of Coumoxystrobin TC by HPLC

ZHANG Li

(Shenyang Research Institute of Chemical Industry Co., Ltd., Shenyang 110021, China)

Abstract: A HPLC method for determination of coumoxystrobin TC was established. Coumoxystrobin was analyzed by RP-HPLC on Agilent Eclipse XDB-C₁₈ chromatographic column and UV detector, using the mixture solution of acetonitrile and water as mobile phase. The linearity correlation coefficient of coumoxystrobin was 0.999 8, the *RSD* was 0.12%, the standard deviation was 0.12, and the average recovery was 99.96%. The method was fast, accurate and had good separation.

Key words: coumoxystrobin; HPLC; analysis

丁香菌酯是沈阳化工研究院研制的新型甲氧基丙烯酸酯类杀菌剂^[1]。其具有广谱性,对苹果树腐烂病、油菜菌核病、黄瓜枯萎病、水稻恶苗病、苹果轮纹病、苹果斑点病、黄瓜黑星病、玉米小斑病、小麦赤霉病、番茄叶霉病、番茄炭疽病、小麦纹枯病、稻瘟病等多种病害有较好的抑制作用^[2-3]。

目前,丁香菌酯分析测试的相关研究较少,未见关于丁香菌酯原药定量分析的报道^[4]。本文采用反相高效液相色谱法,以乙腈和水作为流动相,能够快速准确地对丁香菌酯进行定量分析,且线性关系好,精密度高。

1 试验部分

1.1 仪器与试剂

高效液相色谱仪:Waters 1525 高效液相色谱仪,2489紫外检测器;紫外分光光度计:岛津

UV-2550;色谱柱:Agilent Eclipse XDB-C₁₈(150 mm×4.6 mm 5 μm);过滤器:滤膜孔径约0.45 μm。乙腈:色谱纯;超纯水:过0.22 μm微孔滤膜;丁香菌酯标样(98%)、丁香菌酯原药(96%),吉林省八达农药有限公司提供。

1.2 液相色谱分析条件

流动相:乙腈-水,体积比65:35,经滤膜过滤,并脱气;流速1.0 mL/min;柱温30℃;检测波长320 nm;进样体积10 μL。丁香菌酯保留时间约为8.6 min。典型的丁香菌酯原药色谱图见图1。

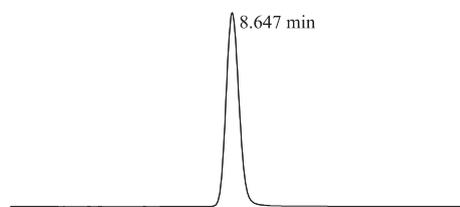


图1 丁香菌酯原药的高效液相色谱图

收稿日期:2017-05-03;修回日期:2017-05-15

作者简介:张立(1983—),女,辽宁省营口市人,工程师,硕士,主要从事农药分析检验工作。E-mail: zhangli1@sinochem.com

1.3 测定步骤

1.3.1 标样溶液的制备

称取0.02 g(精确至0.000 01 g)丁香菌酯标样于50 mL容量瓶中,加入乙腈稀释至刻度,超声10 min,使标样充分溶解,冷却至室温,摇匀后备用。称取2个标样溶液,分别为标样溶液1和标样溶液2。

1.3.2 试样溶液的配制

称取0.02 g(精确至0.000 01 g)丁香菌酯原药试样于50 mL容量瓶中,加入乙腈稀释至刻度,超声10 min,使试样充分溶解,冷却至室温,摇匀后备用。称取2个试样溶液,分别为试样溶液1和试样溶液2。

1.3.3 测定

待基线稳定后,连续注入数针标样溶液,直至相邻2针标样的峰面积相对变化小于1.2%后,按照标样溶液1、试样溶液1、试样溶液1、标样溶液1、标样溶液2、试样溶液2、试样溶液2、标样溶液2的顺序进行测定。

1.4 计算

将测得的2针试样溶液中丁香菌酯峰面积以及试样前后2针标样溶液中丁香菌酯峰面积分别进行平均。试样中丁香菌酯的质量分数按下式计算。

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

式中 w 为试样中丁香菌酯的质量分数,%; A_1 为标样溶液中丁香菌酯峰面积的平均值; A_2 为试样溶液中丁香菌酯峰面积的平均值; m_1 为丁香菌酯标样的质量, g; m_2 为试样的质量, g; P 为丁香菌酯标样的质量分数, %。

2 结果与讨论

2.1 检测波长的选择

采用紫外可见分光光度计对丁香菌酯原药进行波长扫描。丁香菌酯在320 nm附近有最大吸收,且不受所用溶剂干扰,故确定320 nm为检测波长。

2.2 线性关系

分别配制6个质量浓度由低到高的丁香菌酯标样溶液,按上述操作条件测定丁香菌酯的峰面积,取2次测定的平均值。以丁香菌酯质量浓度为横坐标,以色谱峰面积为纵坐标,绘制标准曲线。当丁香菌酯质量浓度在20~1 000 mg/L之间,线性回归方程为 $y=29\ 400x+15\ 200$, 相关系数为0.999 8。

2.3 精密度试验

在上述色谱条件下,对丁香菌酯原药进行6次

平行测定,结果见表1。

表1 丁香菌酯精密度测定结果

序号	质量分数/%	平均值/%	标准偏差	变异系数/%
1	96.36			
2	96.28			
3	96.15	96.26	0.12	0.12
4	96.23			
5	96.11			
6	96.42			

从表1可以看出,丁香菌酯的标准偏差为0.12,变异系数为0.12%。该方法具有较高精密度。

2.4 准确度试验

采用加入法,称取6份丁香菌酯原药样品,分别加入一定量的丁香菌酯标样,按照上述色谱操作条件测定其中丁香菌酯质量,结果见表2。

表2 丁香菌酯准确度试验结果

序号	理论质量/g	实测质量/g	回收率/%	平均回收率/%
1	0.022 31	0.022 29	99.91	
2	0.022 15	0.022 13	99.91	
3	0.021 87	0.021 88	100.05	99.96
4	0.020 58	0.020 56	99.90	
5	0.021 45	0.021 49	100.19	
6	0.023 91	0.023 87	99.83	

从表2可以看出,丁香菌酯平均回收率为99.96%。该方法具有良好的准确度。

3 结论

采用乙腈和水作为流动相对丁香菌酯原药进行定量分析,方法简便,线性关系良好,且精密度和准确度高,完全满足定量分析要求,可以为产品质量控制及应用研究中分析测试工作提供参考。

参考文献

- [1] 关爱莹,刘长令,李志念,等. 杀菌剂丁香菌酯的创制经纬 [J]. 农药, 2011, 50 (2): 90-92.
- [2] 司乃国,刘君丽,陈亮. 新型杀菌剂丁香菌酯应用技术 [J]. 新农业, 2010 (10): 46-47.
- [3] 陈亮,刘君丽,司乃国,等. 丁香菌酯对苹果树腐烂病的防治 [J]. 农药, 2009, 48 (6): 402-404.
- [4] 丁琦,贾福艳,陈光,等. 苹果与土壤中丁香菌酯的残留分析 [J]. 农药, 2012, 51 (1): 53-54.

(责任编辑:顾林玲)