

◆ 农药分析 ◆

# 氰烯菌酯的高效液相色谱分析

王金菊, 赵焕焕, 陈根宝

(江苏省农药研究所股份有限公司, 南京 210046)

**摘要:** 采用反相高效液相色谱法对氰烯菌酯进行定量分析, 以乙腈+水+冰乙酸(体积比74:26:0.3)为流动相, 使用ODS C<sub>18</sub>不锈钢柱和可变波长紫外检测器。该方法的平均回收率为99.3%, 标准偏差为0.501, 变异系数为0.505%。

**关键词:** 氰烯菌酯; 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.1671-5284.2017.02.012

## Analysis of Phenamacril by HPLC

WANG Jin-ju, ZHAO Huan-huan, CHEN Gen-bao

(Jiangsu Pesticide Research Institute Co., Ltd., Nanjing 210046, China)

**Abstract:** An analysis method of phenamacril by RP-HPLC was described, using acetonitrile + water + acetic acid as mobile phase, on ODS C<sub>18</sub> column and ultraviolet absorbance detector. The results showed that the average recovery of the method was 99.3%, the standard deviation was 0.501, and the coefficient of variation was 0.505%.

**Key words:** phenamacril; HPLC; analysis

氰烯菌酯是由江苏省农药研究所股份有限公司开发的具有自主知识产权的新型杀菌剂<sup>[1]</sup>。化学结构式见图1。

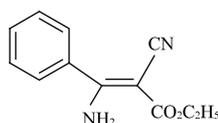


图1 氰烯菌酯化学结构式

氰烯菌酯属氰基丙烯酸酯类杀菌剂, 对由镰刀菌引起的植物病害具有保护和治疗作用, 可用于防治小麦赤霉病、水稻恶苗病、西瓜枯萎病等。氰烯菌酯与苯并咪唑类、麦角甾醇生物合成抑制剂类、甲氧基丙烯酸酯类、二硫代氨基甲酸盐类和取代芳烃类等不同作用机制和化学类型的杀菌剂无交互抗性, 且其高效、微毒、广谱、低残留, 对环境友好。

## 1 试验部分

### 1.1 仪器和试剂

岛津LC-20A高效液相色谱仪, 带SPD-20A检测

器、N2000工作站, 精度为0.000 1 g的电子天平; 不锈钢色谱柱(150 mm × 4.6 mm), 内装C<sub>18</sub>填充物(粒径5 μm), 滤膜孔径约为0.45 μm的过滤器。

氰烯菌酯标样(99.0%)、氰烯菌酯原药(95%), 江苏省农药研究所股份有限公司; 乙腈(色谱纯)、冰乙酸(分析纯)、水(2次蒸馏水)。

### 1.2 色谱分析条件

流动相: 乙腈+水+冰乙酸(体积比74:26:0.3); 流速: 1.0 mL/min; 柱温: 室温; 检测波长: 290 nm; 进样体积: 5 μL。

### 1.3 测定步骤

#### 1.3.1 溶液配制

分别称取氰烯菌酯标样0.05 g, 含氰烯菌酯0.05 g(精确至0.000 2 g)的试样于50 mL容量瓶中, 用乙腈溶解, 并稀释至刻度, 摇匀备用。

#### 1.3.2 测定

待仪器基线稳定后, 在1.2液相色谱操作条件下, 连续注入数针标样溶液, 计算各针相对响应值的重复性, 待相邻2针相对响应值变化小于1.5%, 按

收稿日期: 2016-10-08

作者简介: 王金菊(1983—), 女, 江苏省南通市人, 助理工程师, 主要从事农药分析工作。E-mail: 695149292@qq.com

照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行液相色谱分析。

### 1.3.3 计算

将测得的2针标样溶液和2针试样溶液中氰烯菌酯的峰面积分别进行平均,按下式计算试样中氰烯菌酯的质量分数 $w(\%)$ 。

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

式中: $A_1$ —标样溶液中氰烯菌酯峰面积的平均值; $A_2$ —试样溶液中氰烯菌酯峰面积的平均值; $m_1$ —氰烯菌酯标样的质量/g; $m_2$ —试样的质量/g; $P$ —氰烯菌酯标样的质量分数/%。

## 2 结果与讨论

### 2.1 液相色谱条件的选择

用可变波长紫外检测器对氰烯菌酯标样溶液在230~320 nm波长范围内进行检测。结果表明,检测波长为290 nm时,有效成分与杂质能有效分离,且色谱峰峰型尖锐、对称。因此,选择290 nm作为紫外检测波长。

采用ODS  $C_{18}$ 反相柱,进行不同体积比的流动相筛选试验。经过比较,在流动相 $V_{乙腈}:V_{水}:V_{冰乙酸}=74:26:0.3$ ,流速为1.0 mL/min时,有效成分保留时间和柱效都比较合适。氰烯菌酯液相色谱图见图2、图3。

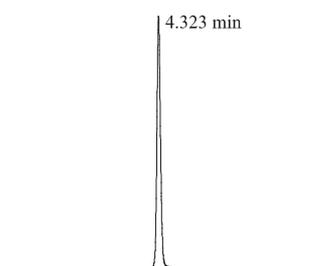


图2 氰烯菌酯标样液相色谱图

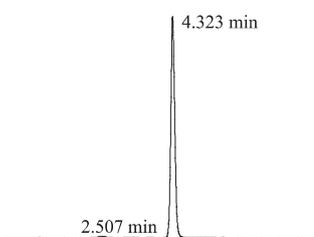


图3 试样液相色谱图

### 2.2 线性相关性测定

称取不同质量的氰烯菌酯标样,配制成质量浓度分别为0.125, 0.25, 0.5, 1.0, 2.0 g/L的5个标样溶液,在1.2色谱分析条件下进行测定。得到相应的峰面积分别为723 325, 1 497 365, 2 751 487, 5 723 825,

11 584 174。以氰烯菌酯的质量浓度为横坐标,相应峰面积为纵坐标,得方法的线性方程为 $y=6 \times 10^6 x - 32 477$ ,相关系数( $R^2$ )为0.999 7(图4)。

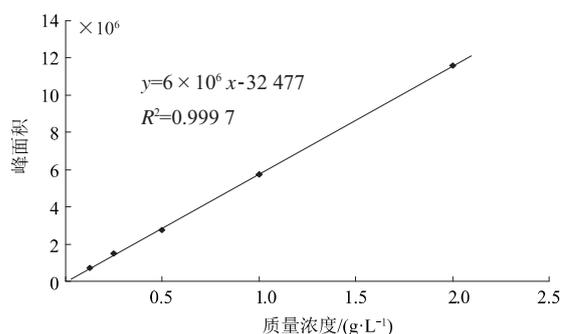


图4 氰烯菌酯线性关系图

### 2.3 分析方法的精密度试验

从同一批次试样中称取氰烯菌酯样品5份,然后按上述方法测定。结果显示,方法的相对标准偏差为0.501,变异系数为0.505%(表1)。

表1 精密度试验结果

| 有效成分 | 质量分数/% |       |       |       |       | 标准偏差  | 变异系数/% |
|------|--------|-------|-------|-------|-------|-------|--------|
|      | 1      | 2     | 3     | 4     | 5     |       |        |
| 氰烯菌酯 | 96.28  | 95.33 | 95.22 | 95.98 | 96.23 | 95.81 | 0.501  |

### 2.4 分析方法的准确度试验

称取6份已知质量分数的氰烯菌酯试样,分别加入一定量的氰烯菌酯标样,按照上述方法测定,结果见表2。氰烯菌酯平均回收率为99.3%,说明该方法具有较好的准确度。

表2 准确度试验结果

| 有效成分 | 序号 | 加入量/mg | 测定值/mg | 回收率/% | 平均回收率/% |
|------|----|--------|--------|-------|---------|
| 氰烯菌酯 | 1  | 20.3   | 20.0   | 98.5  | 99.3    |
|      | 2  | 26.7   | 26.2   | 98.1  |         |
|      | 3  | 30.1   | 30.3   | 100.7 |         |
|      | 4  | 35.9   | 35.3   | 98.3  |         |
|      | 5  | 41.6   | 41.9   | 100.7 |         |
|      | 6  | 46.1   | 45.8   | 99.3  |         |

## 3 结论

本文建立了氰烯菌酯的高效液相色谱分析方法,方法回收率、精密度均满足定量分析要求,且方法简单、快速,是一种较理想的分析方法。

### 参考文献

- [1] 曹庆亮,周健,马海军. 氰烯菌酯的合成方法改进 [J]. 现代农药, 2014, 13 (6): 11-12; 17.

(责任编辑:顾林玲)