

◆ 农药分析 ◆

# 30%吡唑醚菌酯·叶菌唑水乳剂的高效液相色谱分析方法研究

陆学云

(江苏粮满仓农化有限公司, 江苏扬州 225247)

**摘要:**采用高效液相色谱法测定30%吡唑醚菌酯·叶菌唑水乳剂,使用C<sub>18</sub>色谱柱,以乙腈+0.3%冰乙酸水溶液(体积比70:30)为流动相,在柱温25℃、波长230 nm、流量1.0 mL/min色谱条件下进行分析。吡唑醚菌酯和叶菌唑的标准偏差分别为0.032和0.028,变异系数分别为0.16%和0.27%,线性相关系数均为0.999 8,平均回收率分别为99.4%和99.6%。

**关键词:**吡唑醚菌酯;叶菌唑;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.1671-5284.2017.06.012

## Analytical Method of Pyraclostrobin + Metconazole 30% EW by HPLC

LU Xue-yun

(Jiangsu Liangmancang Agrochemical Co., Ltd., Jiangsu Yangzhou 225247, China)

**Abstract:** An analysis method of pyraclostrobin + metconazole 30% EW was developed by HPLC. The mobile phase was acetonitrile + acetic acid aqueous solution, with volume ratio of 70 : 30. The results showed that the standard deviations of pyraclostrobin and metconazole were 0.032 and 0.028, the relative standard deviations were 0.16% and 0.27%, the linear correlation coefficients were both 0.999 8, the average recoveries were 99.4% and 99.6%, respectively. The method met the requirements of analysis.

**Key words:** pyraclostrobin; metconazole; HPLC; analysis

吡唑醚菌酯(pyraclostrobin)是巴斯夫公司于1993年发现的新型甲氧基丙烯酸酯类杀菌剂。其为线粒体呼吸抑制剂,通过阻止细胞色素b和c1间电子传递而起效。吡唑醚菌酯高效、广谱、毒性低,且对非靶标生物安全,对使用者和环境友好。吡唑醚菌酯不仅具有保护、治疗、铲除活性,还是一个植物保健品,能够促进植物生长<sup>[1]</sup>。叶菌唑(metconazole)为三唑类杀菌剂,通过抑制麦角甾醇生物合成起效。其杀菌谱广,活性高,兼具保护和治疗活性。叶菌唑主要用于谷物防治多种叶部病害,其既可采用茎叶处理又可用于种子处理<sup>[2]</sup>。

吡唑醚菌酯与叶菌唑复配不仅能有效延缓抗性的产生,而且对小麦多种病害有很好的防治效

果。目前有关吡唑醚菌酯和叶菌唑液相色谱分析方法已见报道,而二者复配产品的分析方法尚未见公开报道<sup>[3-5]</sup>。本文建立了在同一色谱条件下同柱分离测定吡唑醚菌酯与叶菌唑的方法。该方法操作简单、快速、准确,可以为企业生产过程质量控制和质检机构质量检测提供参考。

## 1 实验部分

### 1.1 试剂

乙腈:色谱纯;水:2次蒸馏水;吡唑醚菌酯标样(≥99.0%)、叶菌唑标样(≥99.0%),北京勤诚亦信科技开发有限公司;30%吡唑醚菌酯·叶菌唑水乳剂(20%吡唑醚菌酯+10%叶菌唑),江苏粮满仓农化

收稿日期:2017-07-07;修回日期:2017-07-27

作者简介:陆学云(1964—),男,工程师,主要从事农药生产技术的管理工作。E-mail: xueyun1596@163.com

有限公司制。

## 1.2 仪器

高效液相色谱仪:岛津LC-20AT,具可变波长紫外检测器;色谱工作站;色谱柱:不锈钢柱(250 mm×4.6 mm),内装Inertsil ODS-3(5 μm)填充物;微量进样器 50 μL,过滤器 滤膜孔径约0.45 μm,超声波清洗器。

## 1.3 液相色谱操作条件

流动相:乙腈+0.3%冰乙酸水溶液(体积比70:30);流量:1.0 mL/min;柱温:25℃;检测波长:230 nm;进样体积 25 μL。保留时间:叶菌唑约7.7 min,吡唑醚菌酯约11.7 min。

上述色谱操作条件系典型操作参数。实际操作时,可根据不同仪器的特点,对给定的操作参数进行适当调整,以期获得最佳效果。典型的高效液相色谱图见图1、图2。

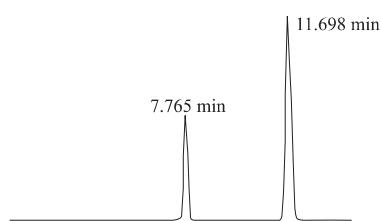


图1 标样高效液相色谱图

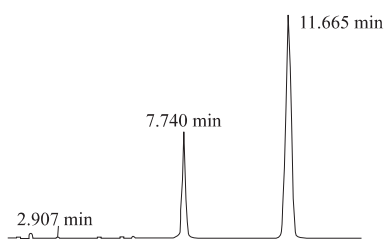


图2 试样高效液相色谱图

## 1.4 测定步骤

### 1.4.1 溶液的配制

分别称取叶菌唑标样0.03 g、吡唑醚菌酯标样0.06 g(精确至0.000 2 g),置于同一50 mL容量瓶中,加入约30 mL乙腈,在超声波水浴中振荡5 min,冷却,乙腈定容。准确移取5 mL标样母液于50 mL容量瓶中,用乙腈稀释并定容,备用。

称取30%吡唑醚菌酯·叶菌唑水乳剂试样0.3 g(精确至0.000 2 g),置于50 mL容量瓶中,加入约30 mL乙腈,在超声波水浴中振荡5 min,冷却,用乙腈定容。准确移取5 mL上述溶液于50 mL容量瓶中,用乙腈定容,过滤,备用。

### 1.4.2 测定及计算

在上述操作条件下,待仪器基线稳定后,连续

注入数针标样溶液,直至相邻2针标样溶液峰面积相对变化小于1.0%。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。

将测得的2针试样溶液以及试样前后2针标样溶液中吡唑醚菌酯(或叶菌唑)的峰面积分别进行平均。试样中吡唑醚菌酯(或叶菌唑)的质量分数 $w$ (%)按下式计算。

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

式中: $A_1$ —标样溶液中吡唑醚菌酯(或叶菌唑)峰面积的平均值; $A_2$ —试样溶液中吡唑醚菌酯(或叶菌唑)峰面积的平均值; $m_1$ —吡唑醚菌酯(或叶菌唑)标样的质量,g; $m_2$ —试样的质量,g; $P$ —标样中,吡唑醚菌酯(或叶菌唑)质量分数,%。

## 2 结果与讨论

### 2.1 色谱条件的选择

对不同种类及体积比的流动相进行实验对比。采用乙腈+0.3%冰乙酸水溶液为流动相(体积比70:30),流量在1.0 mL/min的条件下,有效成分与杂质能获得较好分离,且峰形对称,保留时间适当。

吡唑醚菌酯、叶菌唑在230 nm波长下有较好的吸收,而且所用试剂几乎无响应,因此选择230 nm为检测波长。

### 2.2 分析方法的线性相关性测定

分别称取叶菌唑标样0.05 g和吡唑醚菌酯标样0.05 g(精确至0.000 2 g)于25 mL容量瓶中,用乙腈定容至刻度,充分摇匀。用移液管取1.0 mL上述母液,置于另一10 mL容量瓶中,乙腈定容。最后用移液管准确移取1次稀释液0.5 mL、1.0 mL、1.5 mL、2.0 mL、2.5 mL于5个10 mL容量瓶中,乙腈定容,摇匀。在上述液相色谱条件下进行测定,并以吡唑醚菌酯(或叶菌唑)质量浓度为横坐标,峰面积为纵坐标,绘制标准曲线。吡唑醚菌酯的线性方程为 $y=377\ 469x+25\ 638$ ,相关系数为0.999 8。叶菌唑的线性方程为 $y=366\ 837x+39\ 460$ ,相关系数为0.999 8。

### 2.3 分析方法的精密度测定

称取30%吡唑醚菌酯·叶菌唑水乳剂样品,进行5次平行测定,结果见表1。

表1 精密度实验结果

有效成分	质量分数/%					标准 偏差	变异系 数/%	
	1	2	3	4	5			平均值
吡唑醚菌酯	20.58	20.49	20.41	20.62	20.34	20.49	0.032	0.16
叶菌唑	10.43	10.52	10.28	10.41	10.57	10.44	0.028	0.27

统计分析结果显示:吡唑醚菌酯的标准偏差为0.032,变异系数为0.16%;叶菌唑的标准偏差为0.028,变异系数为0.27%。

### 2.4 分析方法的准确度测定

采用标样添加法,在已知含量的试样中分别添加一定量的标样,按照上述测定方法进行测定。测得吡唑醚菌酯的平均回收率为99.4%,叶菌唑的平均回收率为99.6%,见表2。

表2 准确度实验结果

有效成分	序号	添加量/ g	实测值/ g	回收率/ %	平均 回收率/%
吡唑醚菌酯	1	0.014 4	0.014 3	99.3	99.4
	2	0.021 2	0.021 1	99.5	
	3	0.031 9	0.031 6	99.1	
	4	0.045 7	0.045 8	100.2	
	5	0.053 2	0.052 7	99.1	
叶菌唑	1	0.013 5	0.013 4	99.3	99.6
	2	0.026 5	0.026 3	99.3	
	3	0.034 9	0.034 7	99.4	
	4	0.041 8	0.041 9	100.2	
	5	0.053 8	0.053 7	99.8	

(上接第35页)

### 2.4 分析方法的准确度测定

称取5份已知质量分数的磺酰磺隆试样,每份样品中分别加入2.2中配制的标样母液2.0 mL,按照1.2色谱条件测定其中磺酰磺隆总质量并计算回收率,结果见表2。测得磺酰磺隆回收率在99.38%~100.37%之间,平均回收率为99.72%。该方法准确度较高,满足定量分析要求。

表2 分析方法准确度试验结果

序号	理论质量/mg	实测量/mg	回收率/%	平均回收率/%
1	88.03	87.59	99.50	99.72
2	91.60	91.03	99.38	
3	92.86	92.50	99.62	
4	93.88	93.61	99.71	
5	93.37	93.71	100.37	

(上接第37页)

中2-巯基苯并噻唑质量。结果显示,方法回收率为90.0%~108.3%,平均回收率为99.8%(见表2)。

### 3 结论

本方法简单易操作,可以准确测出苯噻酰草胺原药中杂质2-巯基苯并噻唑的质量分数。该方法满足原药生产的过程控制和最终产品的质量检验

### 3 结论

本方法可同时测定30%吡唑醚菌酯·叶菌唑水乳剂中吡唑醚菌酯、叶菌唑质量分数。方法精密度和准确度较高,线性关系良好,具有简便、快速、分离效果好等特点,是一种可行的分析方法,可满足产品检验的要求。

#### 参考文献

- [1] 杨丽娟,柏亚罗. 甲氧基丙烯酸酯类杀菌剂——吡唑醚菌酯[J]. 现代农药, 2012, 11 (4): 46-50; 56.
- [2] 刘长令. 国外农药品种手册(增补本)[M]. 沈阳: 全国农药工业信息站, 2000: 164-165.
- [3] 王秀云,叶进刚,张晓茹,等. 12%己唑醇·吡唑醚菌酯悬浮剂的高效液相色谱分析[J]. 世界农药, 2014, 36 (2): 55-57.
- [4] 徐妍,丁维成,王昌锦,等. 30%唑醚·戊唑醇悬浮剂的高效液相色谱分析方法[J]. 现代农药, 2016, 15 (1): 19-21.
- [5] 陈根良,夏俊,刘春杰,等. 叶菌唑原药高效液相色谱分析方法研究[J]. 农药科学与管理, 2014, 35 (9): 43-45.

(责任编辑:柏亚罗)

### 3 结论

试验结果表明,该方法准确度和精密度较高,线性关系良好,具有简便、快速、准确及分离效果好的优点,完全符合定量要求,是一种行之有效的分析方法。

#### 参考文献

- [1] 刘长令. 世界农药大全: 除草剂卷 [M]. 北京: 化学工业出版社, 2002: 64-65.
- [2] 李明. 75%磺酰磺隆WG防除春小麦田杂草及安全性研究 [J]. 现代农药, 2014, 13 (4): 48-51.
- [3] 张晓丹,云自厚. 液相色谱检测方法 [M]. 北京: 化学工业出版社, 2005: 19-66.

(责任编辑:顾林玲)

要求。

表2 准确度试验结果

序号	待测组 分量/ $\mu\text{g}$	理论值/ $\mu\text{g}$	实测值/ $\mu\text{g}$	回收率/ %	平均回收率/ %
1	3.442	3.500	6.592	90.0	99.8
2	3.484	3.500	6.699	91.9	
3	3.513	3.500	7.305	108.3	
4	3.541	3.500	7.300	107.4	
5	3.583	3.500	7.134	101.5	

(责任编辑:顾林玲)