

◆ 农药分析 ◆

10%丙硫菌唑悬浮剂的高效液相色谱分析

潘荣根, 尹凯*, 钱小元

(绍兴上虞银邦化工有限公司, 浙江绍兴 312369)

摘要:建立高效液相色谱法测定10%丙硫菌唑悬浮剂中有效成分质量分数。采用甲醇+水为流动相, Hypersil ODS2 (5 μm)为填料, 在254 nm波长下进行分离和定量分析。结果表明, 该分析方法线性相关系数为0.999 9, 标准偏差为0.05, 变异系数为0.5%, 平均回收率为100.2%。该方法灵敏度高, 操作简单、快速, 适用于10%丙硫菌唑悬浮剂的质量控制。

关键词:丙硫菌唑; 悬浮剂; 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.1671-5284.2018.02.010

Analytical Method of Prothioconazole 10% SC by HPLC

PAN Rong-gen, YIN Kai*, QIAN Xiao-yuan

(Shaoxing Shangyu Yinbang Chemical Co., Ltd., Zhejiang Shaoxing 312369, China)

Abstract: A method was developed for quantitative analysis of prothioconazole 10% SC by HPLC, using methanol and H₂O as mobile phase, on Hypersil ODS2 column, with wavelength of 254 nm. The results showed that the linear correlation coefficient of the method was 0.999 9, the standard deviation was 0.05, the variation coefficient was 0.5%, and the average recovery was 100.2%. The method was simple, accurate, and could be used for quality control of prothioconazole 10% SC.

Key words: prothioconazole; SC; HPLC; analysis

丙硫菌唑(prothioconazole)是拜耳公司开发的新型三唑硫酮类杀菌剂, CAS号[178928-70-6], 分子式C₁₄H₁₅Cl₂N₃OS。其杀菌谱广, 用于小麦和大麦防治白粉病、纹枯病、枯萎病、叶斑病、锈病、菌核病、网斑病、云纹病等, 还能防治油菜和花生的土传病害, 如菌核病, 以及主要叶面病害, 如灰霉病、黑斑病、褐斑病、黑胫病等^[1-2]。

国内尚未见10%丙硫菌唑悬浮剂有效成分测定方法报道^[3-4]。本文采用反相高效液相色谱法, 对10%丙硫菌唑悬浮剂中有效成分进行定量分析, 准确度和精密度满足定量分析的要求, 方法快速、准确, 易于操作。

1 试验方法

1.1 试剂及仪器

甲醇(色谱纯), 美国TEDIA公司, 超纯水(电阻

率18.2 MΩ·cm) 丙硫菌唑标准品(质量分数99.9%), Sigma-Aldrich公司; 10%丙硫菌唑悬浮剂, 绍兴上虞银邦化工有限公司制。

安捷伦1260高效液相色谱仪, 具可变波长紫外检测器和自动进样器; Chemstation色谱工作站; 不锈钢色谱柱(250 mm × 4.5 mm), 内装Hypersil ODS2, 粒径5 μm。

1.2 液相色谱条件

流动相: V(甲醇): V(水)=50:50; 流量: 1.0 mL/min; 柱温: 30℃(温差变化不大于2℃); 检测波长: 254 nm; 进样体积: 5 μL。丙硫菌唑保留时间约7.2 min。10%丙硫菌唑悬浮剂的高效液相色谱图见图1。

1.3 测定步骤

准确称取约0.05 g(精确至0.000 2 g)丙硫菌唑标准品, 置于50 mL容量瓶中, 用甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 制得标样溶液。

收稿日期: 2017-12-19

作者简介: 潘荣根(1968—) 男, 浙江省湖州市人, 主要从事农药质量控制工作。E-mail: 503938820@qq.com

通讯作者: 尹凯(1983—) 男, 浙江省宁波市人, 主要从事农药及中间体的合成研究工作。E-mail: ykgoals@163.com



图1 试样高效液相色谱图

准确称取约0.5 g(精确至0.000 2 g)10%丙硫菌唑悬浮剂试样,置于50 mL容量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,制得试样溶液。

在1.2色谱操作条件下,待仪器基线稳定后,连续注入数针标样溶液,直至相邻2针中丙硫菌唑响应值相对变化小于1%后,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针标样溶液中丙硫菌唑峰面积分别进行平均。试样中丙硫菌唑的质量分数 $w(\%)$ 按下式计算。

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

式中: A_1 —标样溶液中丙硫菌唑峰面积的平均值; A_2 —试样溶液中丙硫菌唑峰面积的平均值; m_1 —丙硫菌唑标准品的质量/g; m_2 —试样的质量/g; P —丙硫菌唑标准品的质量分数/%。

2 结果与讨论

2.1 色谱条件确定

丙硫菌唑紫外吸收谱图见图2。从图中可以看出,195 nm、254 nm处有较强吸收峰。考虑仪器稳定性,将检测波长定为254 nm。

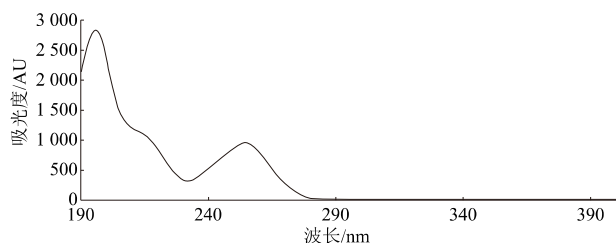


图2 丙硫菌唑紫外吸收谱图

2.2 分析方法的线性相关性试验

配制质量浓度分别为0.204 8, 0.411 0, 0.822 0, 1.024 0, 1.216 0, 1.410 0 g/L的丙硫菌唑标样溶液,在上述液相色谱条件下测定丙硫菌唑色谱峰峰面积。以丙硫菌唑质量浓度为横坐标,相应峰面积为纵坐标,绘制线性关系图,见图3。得丙硫菌唑线性方程为 $y=5\ 233.5x-76.966$,相关系数为0.999 9。

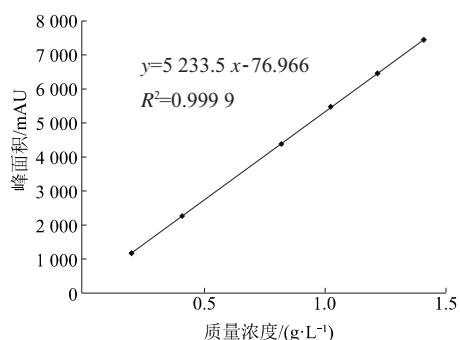


图3 丙硫菌唑线性关系图

2.3 分析方法精密度试验

从同一试样中准确称取5份平行试样,在上述色谱条件下进样分析。测得方法标准偏差为0.05,变异系数为0.5%,结果见表1。

表1 方法精密度试验结果

有效成分	质量分数/%					标准偏差	变异系数/%
	1	2	3	4	5		
丙硫菌唑	10.2	10.1	10.2	10.1	10.1	0.05	0.5

2.4 分析方法准确度试验

在已知质量分数的样品中添加一定质量的丙硫菌唑标准品,在上述色谱条件下进行测定。测得丙硫菌唑的平均回收率为100.2%,结果见表2。

表2 方法准确度试验结果

称样量/ mg	有效成分 量/mg	加入标样 量/mg	理论量/ mg	实测量/ mg	回收 率/%	平均回 收率/%
509.5	51.46	28.1	79.56	78.91	99.2	
512.1	51.72	35.4	87.12	87.78	100.8	
508.1	51.32	39.9	91.22	90.78	99.5	100.2
511.5	51.66	45.1	96.76	97.18	100.4	
507.3	51.24	50.4	101.64	102.55	100.9	

3 结论

该反相高效液相色谱法在丙硫菌唑测试质量浓度范围内线性关系良好,准确度和精密度较高,且操作简单、快速,是产品质量控制比较理想的分析方法。

参考文献

- [1] 刘淑杰,孙克,张敏恒.丙硫菌唑分析方法述评[J].农药,2014,53(9):699-701.
- [2] 关爱莹,李林,刘长令.新型三唑硫酮类杀菌剂丙硫菌唑[J].农药,2003,42(9):42-43.
- [3] 张万昌.40%丙硫菌唑悬浮剂的高效液相色谱测定方法[J].现代农药,2016,15(4):36-37.
- [4] 徐仲玉,周翊,马红梅,等.反相高效液相色谱法测定丙硫菌唑的含量[J].农药,2009,48(9):656-657. (责任编辑:柏亚罗)