

◆ 农药分析 ◆

35%氟吡菌酰胺·戊唑醇悬浮剂的高效液相色谱分析

赵成林,王佛娇,程小会,陈丽金,江林

(广州市农业科学研究院,广州 511462)

摘要:使用C₁₈柱和紫外检测器,以甲醇-水为流动相,对试样中氟吡菌酰胺和戊唑醇进行分离和测定。结果表明,氟吡菌酰胺和戊唑醇的线性相关系数均为0.999 3,标准偏差分别为0.15、0.16,变异系数分别为0.84%、0.92%,平均回收率分别为99.08%、98.88%。该方法具有较高的准确度和精密性,适用于检测氟吡菌酰胺和戊唑醇。

关键词:氟吡菌酰胺;戊唑醇;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.1671-5284.2019.06.008

Analysis of Fluopyram + Tebuconazole 35% SC by HPLC

Zhao Cheng-lin, Wang Fo-jiao, Cheng Xiao-hui, Chen Li-jin, Jiang Lin

(Guangzhou Academy of Agricultural Sciences, Guangzhou 511462, China)

Abstract: The samples were analyzed by C₁₈ column and UV detector, with the mixture of methanol and water as mobile phase. The results showed that the linear correlation coefficients for fluopyram and tebuconazole were both 0.999 3, the standard deviations were 0.15 and 0.16, the variation coefficients were 0.84% and 0.92%, the average recovery rates were 99.08% and 98.88%. The method was suitable for the analysis of fluopyram and tebuconazole with high precision and accuracy.

Key words: fluopyram; tebuconazole; HPLC; analysis

氟吡菌酰胺为拜耳公司研发的琥珀酸脱氢酶抑制剂,属于吡啶乙基苯酰胺类,用于防治蔬菜、水果等作物的白粉病等病害^[1-2]。戊唑醇为三唑类杀菌剂,主要用于防治禾谷类作物的锈病、白粉病等病害^[3]。目前,关于氟吡菌酰胺的分析研究较少,主要是气相法和气相-质谱联用法^[4-5],关于戊唑醇的分析研究方法主要有气相色谱法和液相色谱法^[6-8],两者复配为混剂的液相色谱同条件分析方法未见报道。

本文建立同一液相色谱条件下同时检测35%氟吡菌酰胺·戊唑醇悬浮剂中的氟吡菌酰胺、戊唑醇的分析方法,具有较高的准确度和精密性,是一种

较为实用的分析方法。

1 材料与amp;方法

1.1 试剂

氟吡菌酰胺标准品(99%),Dr. Ehrenstorfer公司;戊唑醇标准品(99.3%),沈阳化工研究院;超纯水;甲醇(色谱纯);35%氟吡菌酰胺·戊唑醇悬浮剂,拜耳股份公司。

1.2 仪器

高效液相色谱仪:Agilent 1260(具有可变波长紫外检测器);色谱柱:Eclipse XDB-C₁₈不锈钢柱(150 mm × 4.6 mm 5 μm);超声波清洗机。

收稿日期:2019-07-22

基金项目:广东省科技计划项目(2018B020202010);广州市支农资金项目(穗财编[2019]102号文)

作者简介:赵成林(1987—),男,河南省济源市人,硕士,农艺师,主要从事农产品农药残留以及农药产品质量分析工作。

E-mail: zhaoc1711@163.com

1.3 液相色谱条件

流动相:甲醇与水的体积比为70:30;流速:1.0 mL/min;柱温:30℃;检测波长:220 nm;进样体积:10 μL;保留时间:氟吡菌酰胺约为4.81 min,戊唑醇约为7.82 min。氟吡菌酰胺和戊唑醇标样及样品的高效液相色谱图见图1、图2。

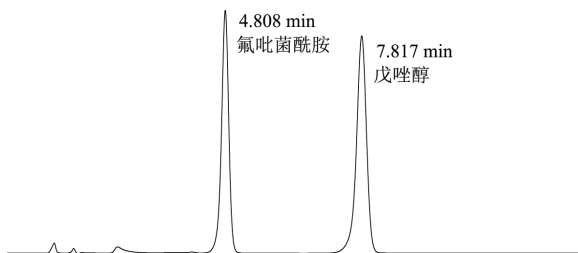


图1 氟吡菌酰胺和戊唑醇标样高效液相色谱图

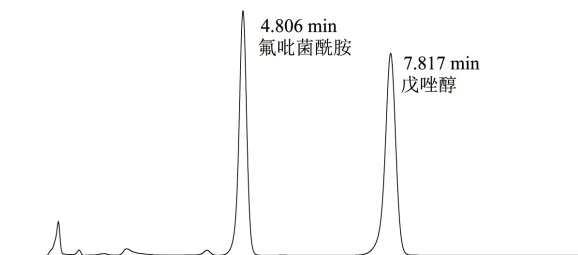


图2 35%氟吡菌酰胺·戊唑醇悬浮剂高效液相色谱图

1.4 测定步骤

1.4.1 标准溶液的配制

称取氟吡菌酰胺和戊唑醇标样各0.01 g(精确至0.000 2 g),置于10 mL容量瓶中,用甲醇定容至刻度,超声溶解后摇匀备用。

1.4.2 样品溶液的配制

称取含氟吡菌酰胺和戊唑醇各0.057 g(精确至0.000 2 g)的试样,置于10 mL容量瓶中,用甲醇定容至刻度,超声溶解后过膜备用。

1.4.3 测定

按上述色谱条件,连续进不少于5针标样溶液,当相邻2针的相对响应值变化小于1.5%时,按照标样溶液、样品溶液、样品溶液、标样溶液的顺序进样测定。

1.4.4 计算

将测得的2针试样溶液及其前后2针标样溶液中氟吡菌酰胺(戊唑醇)峰面积分别进行平均。试样中

氟吡菌酰胺(戊唑醇)的质量分数 $w(\%)$ 按式(1)计算。

$$w = \frac{A_2 m_1 P}{A_1 m_2} \quad (1)$$

式中: A_1 为标样溶液中氟吡菌酰胺(戊唑醇)峰面积的平均值, $\mu\text{AU}\cdot\text{s}$; A_2 为试样溶液中氟吡菌酰胺(戊唑醇)峰面积的平均值, $\mu\text{AU}\cdot\text{s}$; m_1 为氟吡菌酰胺(戊唑醇)标样的质量, g; m_2 为试样的质量, g; P 为标样中氟吡菌酰胺(戊唑醇)的质量分数, %。

2 结果与分析

2.1 波长的选择优化

笔者利用紫外可见分光光度计对氟吡菌酰胺标准溶液进行最大波长检测,发现在220 nm处有最大吸收。经液相色谱上机试验,确定220 nm为氟吡菌酰胺的检测波长。经参考现行国家标准以及其他研究文献,确定戊唑醇的检测波长为220 nm,此波长下,两个目标物都有很好的响应,无杂质干扰。

2.2 色谱条件的选择

选择 C_{18} 短柱,以甲醇-水作为流动相,选择甲醇与水的体积比为50:50、60:40、70:30、80:20等4种情形下对两个目标分别进行试验比较,发现当甲醇与水的比例为70:30时,氟吡菌酰胺和戊唑醇分离效果理想,出峰时间适中,峰形对称,能够满足检测要求。

2.3 分析方法的线性相关性测定

准确吸取“1.4.1”中标样溶液1.0 mL置于10 mL容量瓶中,用甲醇定容成标样溶液A,再从标样溶液A中吸取0.1、0.5、1.0、5.0 mL分别置于10 mL容量瓶中,用甲醇定容,摇匀,将两次配制的标样溶液用于液相色谱分析。在上述色谱条件下,测得其相应的峰面积,以氟吡菌酰胺(戊唑醇)的浓度为横坐标,氟吡菌酰胺(戊唑醇)的峰面积为纵坐标,绘制线性关系曲线,线性方程分别为 $y=17.461x-8.7878$, $y=21.678x-12.674$,相关系数均为0.9993。

2.4 分析方法精密度测定

称取同一批样品,在上述稳定的色谱操作条件下,进行6次平行测定,精密度的测定结果见表1,其中,氟吡菌酰胺和戊唑醇的标准偏差分别为0.15、0.16,变异系数分别为0.84%、0.92%。结果表明分析方法精密度良好。

表1 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/%
	1	2	3	4	5	6			
氟吡菌酰胺	18.43	18.55	18.12	18.24	18.48	18.36	18.36	0.15	0.84
戊唑醇	17.28	17.17	17.47	17.03	17.10	17.30	17.23	0.16	0.92

2.5 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,加入一定量的氟吡菌酰胺和戊唑醇标准品,配成5个已知样,在相同的液相色谱操作条件下,测得氟吡菌酰胺和戊唑醇的平均回收率分别为99.08%、98.88%(表2)。

表2 准确度测定结果

有效成分	理论值/	实测值/	回收率/	平均回收率/
	mg	mg	%	
氟吡菌酰胺	10.3	10.2	99.03	99.08
	10.7	10.6	99.07	
	11.2	11.1	99.11	
	10.8	10.7	99.07	
	11.3	11.2	99.12	
戊唑醇	10.7	10.6	99.07	98.88
	11.1	11.0	99.10	
	10.6	10.4	98.11	
	11.2	11.1	99.11	
	10.2	10.1	99.02	

3 结论

本方法能够同时测定35%氟吡菌酰胺·戊唑醇悬浮剂中的氟吡菌酰胺和戊唑醇的含量。试验结果

表明,方法具有较好的准确度和精密度,线性关系良好,操作简单方便,是一种较为实用的分析方法,可满足日常产品检验的要求。

参考文献

- [1] 周大纲. 新一代优秀杀线虫剂氟吡菌酰胺[J]. 世界农药, 2016, 38(5): 61-63.
- [2] 徐英, 徐娜娜, 庄占兴, 等. 氟吡菌酰胺研究开发综述[J]. 世界农药, 2017, 39(6): 37-41; 64.
- [3] 孙慧, 侯志广, 钱永盛, 等. 大豆中戊唑醇的气相色谱分析方法研究[J]. 安徽农业科学, 2011, 39(15): 9029-9030.
- [4] 李文卓, 钱圆, Matsumoto H, 等. 气相色谱-串联质谱检测蔬菜中氟吡菌酰胺及其代谢物残留[J]. 农药学报, 2016, 18(6): 759-764.
- [5] 胡琴, 吴进龙, 陈铁春. 氟吡菌酰胺500 g/L悬浮剂的气相色谱分析方法研究[J]. 农药科学与管理, 2008, 29(11): 19-21.
- [6] 韩冲冲, 李飞, 李保同. 75%肟菌酯·戊唑醇WG高效液相色谱分析方法[J]. 农药, 2018, 57(6): 419-421.
- [7] 吴进龙, 季颖, 傅桂平, 等. 75%肟菌酯·戊唑醇WG气相色谱分析[J]. 农药, 2009, 48(7): 498-499.
- [8] 张谦, 盛翠凤, 谭成侠, 等. 戊唑醇的液相色谱检测方法[J]. 浙江工业大学学报, 2008, 36(2): 129-132.

(责任编辑:徐娟)

新型杀虫剂溴虫氟苯双酰胺将在全球首登

澳大利亚农药兽药管理局(APVMA)建议登记基于有效成分溴虫氟苯双酰胺(broflanilide)的7个杀虫剂产品,登记的公示日期截至2019年12月3日,这将是该有效成分在全球的首个登记。

溴虫氟苯双酰胺,开发代号:MCI-8007,CAS登录号:1207727-04-5;分子式: $C_{25}H_{14}BrF_{11}N_2O_2$;分子量:663.3,结构式见图1。

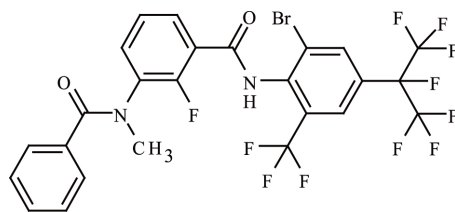


图1 溴虫氟苯双酰胺的结构式

溴虫氟苯双酰胺为二酰胺类化合物,是由巴斯夫和三井化学共同开发的新型杀虫剂,作用机理新颖,与现有杀虫剂无交互抗性,国际杀虫剂抗性行动委员会将其归为30组。

溴虫氟苯双酰胺可用于防治蔬菜、大豆、棉花、水稻等作物上的嚼咀式口器害虫,且能够有效防治对其他杀虫剂产生抗性的害虫;用于种子处理防治金针虫等地下害虫;用于公共卫生领域防治白蚁、蟑螂和苍蝇等。

此次批准登记的7个产品包括4个即用型诱饵剂、1个气雾剂(Vedira加压杀虫剂)和2个泡沫气雾剂(Vedira加压诱饵和Terinda泡沫杀螨剂/杀虫剂),主要用于防治苍蝇、白蚁、蚂蚁、蟑螂等。

据悉,美国环保署已经计划在2019年年底之前登记溴虫氟苯双酰胺。

(石凌波译自《AGROW》)