

氟唑菌苯胺原药高效液相色谱 分析方法研究

董文凯¹, 吴进龙², 姜宜飞², 黄 伟², 武 鹏²

(1. 山东省农药科学研究院, 山东 济南 250100; 2. 农业部农药检定所, 北京 100125)

Analytical Method of Penflufen TC by HPLC

Dong Wenkai (Shandong Academy of Pesticide Sciences, Shandong, Jinan 250100, China)

Wu Jinlong, Jiang Yifei, Huang Wei, Wu Peng (Institute for the Control of Agrochemicals, Ministry of Agriculture, Beijing 100125, China)

Abstract: A method for separation and quantitative analysis of Penflufen TC by HPLC with acetonitrile and H_3PO_4 solution as mobile phase, ZORBAX SB-C₁₈ column and DAD at 240nm wavelength was described. The result showed that the linear correlation coefficient was 1.000 0, the standard deviation was 0.15, the variation coefficient was 0.15%, the average recovery was 100.04%.

Key words: Penflufen; TC; HPLC; analysis

摘 要: 本文采用高效液相色谱法, 以乙腈+磷酸溶液为流动相, 使用ZORBAX SB-C₁₈色谱柱和二极阵列检测器, 在240nm波长下对试样进行分离和定量分析。结果表明, 该分析方法的线性相关系数为1.000 0, 标准偏差为0.15, 变异系数为0.15%, 平均回收率为100.04%。

关键词: 氟唑菌苯胺; 原药; 高效液相色谱; 分析

中图分类号: S482.2; O657.7*2 文献标识码: A 文章编号: 1002-5480 (2015)07-52-03

1 前言

氟唑菌苯胺ISO通用名: Penflufen, CAS号: 494793-67-8, 分子式: $\text{C}_{18}\text{H}_{24}\text{FN}_3\text{O}$, 化学名称: N-[2-(1,3-二甲基丁基)苯基]-5-氟-1,3-二甲基-1H-吡唑-4-甲酰胺^[1]。氟唑菌苯胺是拜耳公司开发的吡唑酰胺类杀菌剂, 该杀菌剂为琥珀酸脱氢酶 (SDH) 抑制剂, 作用于呼吸链电子传递复合体, 阻断能量代谢。主要用于种子

处理, 经过处理后的种子在萌发过程中可以吸收氟唑菌苯胺, 通过木质部传导到植物体的其他部位, 从而起到保护作物的作用。可防治马铃薯黑痣病、小麦纹枯病、水稻纹枯病、油菜菌核病等。目前主要在欧盟、美国、加拿大、澳大利亚等国家登记并上市^[2]。

目前国内有关氟唑菌苯胺原药的分析方法未见公开报道。本文采用高效液相色谱法, 对

收稿日期: 2015-01-22

作者简介: 董文凯, 男, 助理工程师, 主要从事农药研究工作。联系电话: 15054165779; E-mail: wkdong@hotmail.com。

氟唑菌苯胺原药进行定量分析, 该方法操作简便、快速、准确, 分离效果好, 准确度和精密程度均能达到定量分析的要求, 可以作为企业生产过程质量控制和质检机构分析检测的参考方法。

2 试验部分

2.1 试剂和溶液 乙腈(色谱纯); 超纯水(电阻率 $18.2\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$, 25°C); 磷酸(分析纯); 磷酸溶液: $\psi(\text{H}_2\text{O}:\text{H}_3\text{PO}_4)=1\ 000:1$; 氟唑菌苯胺标样, 已知质量分数99.4%(由农业部农药检定所提供); 氟唑菌苯胺原药(由某公司提供)。

2.2 仪器 高效液相色谱仪: Agilent 1200, 具有二极管阵列检测器和自动进样器; Agilent色谱工作站; Millipore超纯水制备系统; 色谱柱: $250\text{mm}\times 4.6\text{mm}$ (i.d.) 不锈钢柱, 内装ZORBAX SB-C₁₈ $5\mu\text{m}$ 填充物。

2.3 液相色谱操作条件 流动相: ψ (乙腈:磷酸溶液)=70:30; 流量: $1.0\text{mL}/\text{min}$; 柱温: 30°C ; 检测波长: 240nm ; 进样体积: $5\mu\text{L}$; 保留时间: 氟唑菌苯胺约 6.4min 。氟唑菌苯胺原药的高效液相色谱图(图1)。

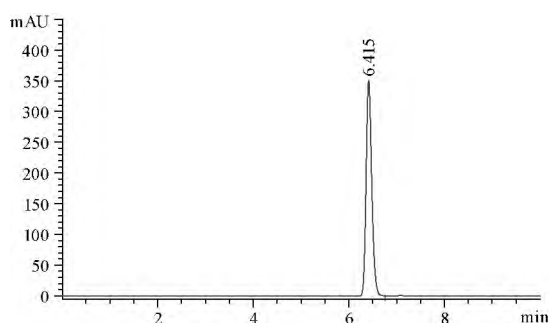


图1 氟唑菌苯胺原药高效液相色谱图

2.4 测定步骤

2.4.1 标样溶液的配制 称取氟唑菌苯胺标样 0.03g (精确至 $0.000\ 02\text{g}$), 置于 100mL 容量瓶中, 用乙腈溶解并稀释至刻度, 摇匀。

2.4.2 试样溶液的配制 称取含氟唑菌苯胺 0.03g 的试样(精确至 $0.000\ 02\text{g}$), 置于 100mL 容量瓶中, 用乙腈溶解并稀释至刻度, 摇匀。

2.4.3 测定 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

标样溶液的响应值相对变化 $<1.5\%$ 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。

2.4.4 计算 将测得的2针试样溶液以及试样前后2针标样溶液中氟唑菌苯胺峰面积分别进行平均。试样中氟唑菌苯胺的质量分数 ω (%), 按下式计算:

$$\omega = \frac{A_2 \times m_1 \times P}{A_1 \times m_2}$$

式中: A_1 —标样溶液中氟唑菌苯胺峰面积的平均值;

A_2 —试样溶液中氟唑菌苯胺峰面积的平均值;

m_1 —标样的质量, g;

m_2 —试样的质量, g;

P —标样中氟唑菌苯胺的质量分数, %。

3 结果与讨论

3.1 色谱条件的选择 通过Agilent 1200高效液相色谱仪的光谱数据采集功能, 获得氟唑菌苯胺的紫外波长扫描图(图2)。从图中可以看到氟唑菌苯胺在 $190\sim 240\text{nm}$ 处有较大的吸收, 为了尽量减少溶剂的干扰, 将检测波长定为 240nm 。

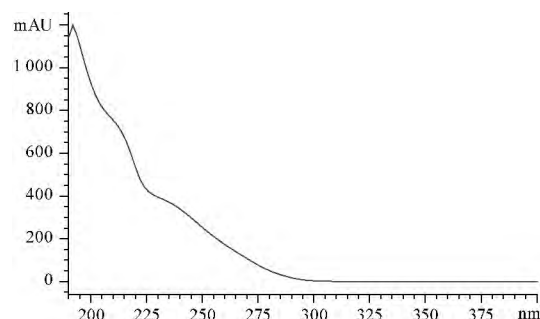


图2 氟唑菌苯胺紫外吸收谱图

色谱柱选择常规的ZORBAX SB-C₁₈反相柱。用乙腈作为溶剂溶解样品, 并选择乙腈和水作为流动相, 为了得到更好的分离效果和峰形, 在 $1\ 000\text{mL}$ 水中加入 1mL 磷酸, 将流动相按不同比例在色谱柱上进行试验, 最终确定流动相为 ψ (乙腈:磷酸溶液)=70:30, 在流速 $1.0\text{mL}/\text{min}$ 时,

有效成分与杂质能得到很好的分离,峰形对称,基线平稳,能在短时间能得到满意的分析结果,提高了工作效率。

3.2 分析方法的线性相关性试验 准确称取5个不同质量的标样,分别置于100mL容量瓶中,用乙腈溶解并稀释至刻度,摇匀,使氟唑菌苯胺的质量浓度分别为0.124 8、0.187 2、0.312 0、0.499 2、0.624 0g/L。在上述的色谱条件下,以氟唑菌苯胺的质量浓度(x , g/L)为横坐标,峰面积(y , mAU)为纵坐标,绘制校正曲线。试验测得氟唑菌苯胺线性方程为 $y=9\ 136.7x+19.94$,

其线性相关系数为1.000 0。结果表明氟唑菌苯胺在测试的质量浓度范围内线性关系良好。

3.3 分析方法的精密度试验 从同一产品中准确称取5个试样,在上述色谱操作条件下进行分析,测得氟唑菌苯胺的标准偏差为0.15,变异系数为0.15% (表1)。

3.4 分析方法的准确度试验 从已知质量分数的氟唑菌苯胺(98.66%)中称取5个试样,分别加入一定量的氟唑菌苯胺标样(99.4%),在上述色谱操作条件下进行分析,测得氟唑菌苯胺的平均回收率为100.04% (表2)。

表1 分析方法的精密度试验结果

编号	1	2	3	4	5	平均值 (%)	标准偏差	变异系数 (%)
氟唑菌苯胺 质量分数 (%)	98.62	98.83	98.39	98.74	98.72	98.66	0.15	0.15

表2 分析方法的准确度试验结果

编号	试样称样量 (mg)	标样称样量 (mg)	理论值 (mg)	实测值 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)
1	15.32	14.93	29.95	29.94	99.97	100.04
2	15.65	14.91	30.26	30.28	100.07	
3	15.44	15.08	30.22	30.25	100.10	
4	15.61	14.70	30.01	30.03	100.07	
5	15.54	14.57	29.81	29.81	100.00	

4 结论

试验建立了高效液相色谱法检测氟唑菌苯胺中有效成分的分析方法。试验结果表明,氟唑菌苯胺在测试浓度范围内线性关系良好,方法准确度和精密度较高,具有操作简便、快速的特点,是产品质量控制和应用研究中较为理

想的分析方法。

参考文献

- [1] Alan wood. Penflufen [DB/OL]. <http://www.alanwood.net/pesticides/penflufen.html>.
- [2] 顾林玲. 吡唑酰胺类杀菌剂——氟唑菌苯胺[J]. 现代农药, 2013(2):44-47.