

分析与测试

氟醚菌酰胺液相色谱法含量的测定

张晓霞,王玉芝,许辉,唐剑峰,吴雪

(山东中农联合生物科技股份有限公司,山东 济南 250100)

摘要:氟醚菌酰胺高效液相色谱法的建立,以甲醇/水为流动相,紫外检测器,检测波长为230nm。该方法的标准偏差为0.22,变异系数0.22%,平均回收率100.1%。

关键词:氟醚菌酰胺;外标法;高效液相色谱

中图分类号:O657.7⁺²

文献标识码:A

文章编号:1008-021X(2012)09-0067-03

Determination of Fluoride Ether Bacteria Amide by HPLC

ZHANG Xiao-xia, WANG Yu-zhi, XU Hui, TANG Jian-feng, WU Xue

(Shandong Sino-agri Union Biotechnology Co., Ltd., Jinan 250100, China)

Abstract: High Performance Liquid Chromatography for the determination of fluoride ether bacteria amide was established. The mixture methanol-water was used as mobile phase. Using ultraviolet detector at 230 nm. The method of the standard deviation was 0.22, and the coefficient of variation was 0.22%. The average recovery rate was 100.1%.

Key words: fluoride ether bacteria amide; external standard method; HPLC

氟醚菌酰胺是我公司自行研发创新的一种高效新型杀菌剂^[1],其化合物结构如图1。目前,氟醚菌酰胺在国内市场上是空白,其相应的分析方法也未见文献报道。通过参看资料^[2-3]并且根据实验要求,对氟醚菌酰胺的分析条件进行了反复摸索,最终达到很好的分离效果。

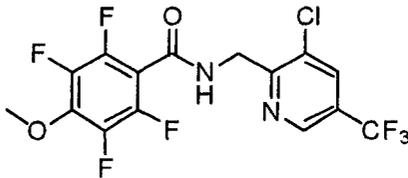


图1 氟醚菌酰胺的结构

1 实验部分

1.1 试剂和仪器

甲醇:色谱纯;

水:二次重蒸水;

氟醚菌酰胺工作标样:含量 $\geq 98\%$,自提;

高效液相色谱仪:20-A(具可变波长紫外检

测器)岛津;

分析天平:AUY120,岛津;

过滤头:0.45 μm 孔径。

1.2 测定条件

色谱柱:C₁₈ Hypersil 5 μm 250mm \times 4.6mm(i.d);

流动相 ψ :V(甲醇):V(水)=85:15;

流速:1.0mL/min;

检测波长:230nm。

1.3 标样溶液的配制

称取氟醚菌酰胺标样0.05g(准确至0.0002g)于50mL容量瓶中,用少量甲醇溶解后,甲醇定容,摇匀。用移液管准确移取上述溶液5mL于25mL容量瓶中,甲醇定容,摇匀。

1.4 试样溶液的配制

称取约含氟醚菌酰胺0.05g(准确至0.0002g)的试样于50mL容量瓶中,用少量甲醇溶解后,甲醇定容,摇匀。用移液管准确移取上述溶液5mL于

收稿日期:2012-08-02

基金项目:国家“十二五”科技支撑计划项目(2011BAE06B02-12)

作者简介:张晓霞(1984—)女,山东临沂人,本科,助理工程师,主要研究方向:农药分析。

25mL容量瓶中,甲醇定容,摇匀。然后用0.45μm孔径的滤膜过滤后,滤液备用。

1.5 测定

在上述色谱条件下,待仪器基线稳定后,连续注入数针标样溶液,当相邻两针的响应值相对变化小于1.0%时,按下列顺序进样:标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液。

1.6 计算

氟醚菌酰胺的质量分数 X,按下式计算:

$$X = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot p}{A_1 \cdot m_2} \times 100\%$$

式中:A₁——标样溶液中氟醚菌酰胺峰面积的平均值;

A₂——试样溶液中氟醚菌酰胺峰面积的平均值;

m₁——标样的质量,g;

m₂——试样的质量,g;

p——标样中氟醚菌酰胺的质量分数。

2 结果与讨论

2.1 检测波长的选择

通过调节波长可知,本样品的检测波长在220nm时有最大吸收,但考虑甲醇的紫外吸收下限是205nm,所以选定检测波长为230nm。

2.2 流动相的选择

按照流动相配比从高到低的原则,选择甲醇和水的配比,但是为了兼顾各步中间控制,最终确定流动相配比 V(甲醇):V(水) = 85:15 时效果最佳。色谱图如图2。

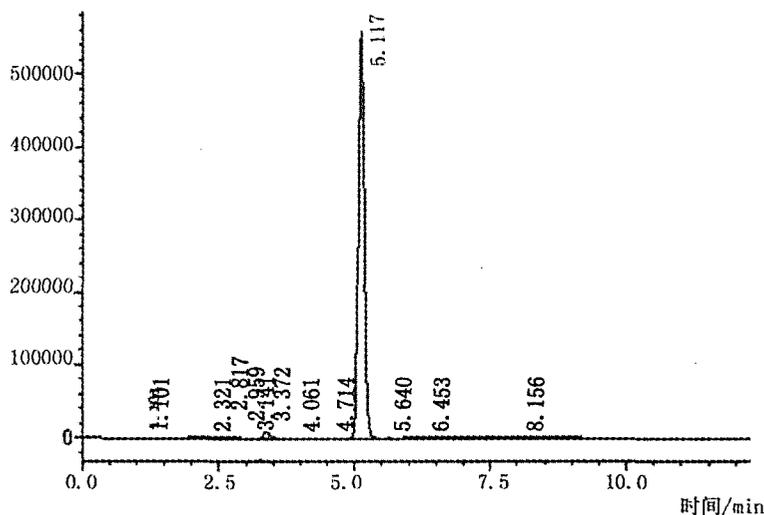


图2 氟醚菌酰胺的液相色谱图

2.3 分析方法的线性测定

将试样配成5个不同质量浓度的标准溶液,在规定的色谱条件下进行测定,样品质量浓度为横坐

标,峰面积为纵坐标,绘制标准曲线,其线性方程为 $y = 866.77x + 24.96$ 、相关系数为 $r = 1$,数据表明该方法的线性相关性良好,见图3。

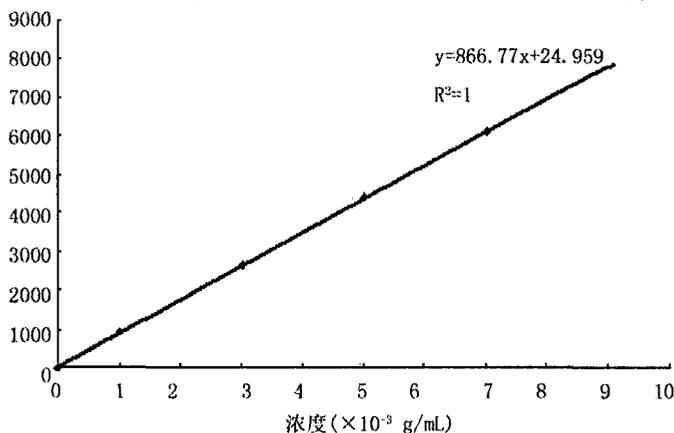


图3 线性方程关系图

“学生讲授,教师点评”教学法给学生创造良好的互动空间,让学生成为课堂角色的扮演者,有机的把“教”与“学”联系起来,改变了传统教学模式中教师主宰课堂,课堂气氛沉闷,学生被动听课,缺乏参与的积极性、主动性的状态。而“以生为本,开展学生讲授”的教学方法,即活跃了课堂气氛,又可促使学生手脑并用,提高其分析、判断和解决问题的能力,从而真正激发学生的学习兴趣。对学习内容的主动思考也锻炼了学生的发散思维,同时上课之前查阅大量资料也锻炼了他们查阅资料的能力。

3.2 培养学生的团队精神

“团队精神”,简单来说就是大局意识、协作精神和服务精神的集中体现。团队精神的基础是尊重个人的兴趣和成就。核心是协同合作,最高境界是全体成员的向心力、凝聚力,反映的是个体利益和整体利益的统一,并进而保证组织的高效率运转。社会的发展,使人们在工作中越来越需要他人的支持和配合,要想在事业上获得成功,不仅要依靠个人的能力,更需要集体的智慧和力量。通过学生分组集体备课,团队成员相互学习,相互支持,彼此协作,形成团队的凝聚力,让学生逐渐意识到和他人合作的重要意义。这种教学方法可促使学生在学习和工作中能互相帮助,互相配合、相互支持、共同提高,形成良好的人际关系。也让学生认识到,只有这样才有利于自身长远的发展^[3]。

3.3 达到“教学相长”的目的

(上接第68页)

2.4 分析方法的准确度

向已知准确含量的试样中,分别加入一定量的标样,然后按上述规定的色谱操作条件进行重复测定,测定方法的回收率在99.3%~101.2%之间,表明该分析方法的准确度较好。

2.5 分析方法的精密度

选择同一个氟醚菌酰胺样品,重复测定5次,考察方法的精密度,结果见表1。

表1 精密度实验结果表

编号	1	2	3	4	5
样品/%	97.5	97.3	97.8	97.7	97.0
平均值/%	97.5				
标准偏差	0.22				
变异系数/%	0.22				

“点评式”教学法的运用,更要求教师必须具有渊博的知识,较强的思维能力和驾驭课堂的能力,在课堂上方能以各种方式方法激发学生主动思考,积极发言,参与学习的兴趣。最大限度调动学生主动参与教学的积极性。所以这种教学方法对教师自身能力的提升也有很大帮助,能够真正的做到“教学相长”。

参考文献

- [1] 王群,杨珂,钟锐锋,等.生物类专业《无机及分析化学》教学方法的改革实践[J].广州化工,2011,39(19):112-114.
- [2] 郭文宇,钟锐锋,杨珂,等.有机化学教学中生物制药技术专业学生创新能力的培养[J].绵阳师范学院学报(自然科学版),2008,27(11):143-147.
- [3] 龚小雪,陈继婷.“学生自讲,老师点评”在《金匱要略》教学中应用的初步尝试[J].贵阳中医学院学报,2011,32(2):13-15.
- [4] 杨西顺.如何提升学生积极参与教学活动的能动性[J].才智,2011,14:134.
- [5] 李爱美.点评式教学:高中思想政治课有效教学模式初探[J].东方青年·教师,2011,10:96-97.

(本文文献格式:王群,钟锐锋,杨珂,等.“学生讲授,教师点评”在生物类专业《无机及分析化学》教学中的应用[J].山东化工,2012,41(9):69-71.)

3 结论

综上所述,采用高效液相色谱法,使用C18色谱柱,以甲醇和水为流动相,在230nm处测定氟醚菌酰胺,完全能够满足定量分析和合成中间控制的要求。

参考文献

- [1] 唐剑锋.四氟苯氧基烟碱胺类化合物制备及用作杀菌的用途:中国,201010274196.5[P].2011-06-08.
- [2] 于世林.高效液相色谱方法及应用[M].北京:化学工业出版社,2000:230-242.
- [3] 陈立仁,蒋生祥,刘霞,等.高效液相色谱基础与实践[M].济南:科学出版社,2001:44-63.

(本文文献格式:张晓霞,王玉芝,许辉,等.氟醚菌酰胺液相色谱法含量的测定[J].山东化工,2012,41(9):67-68,71.)