

苯并烯氟菌唑原药高效液相色谱分析方法研究

姜宜飞, 黄 伟, 宋俊华

(农业部农药检定所, 北京 100125)

Analytical Method of Benzovindiflupyr TC by HPLC

Jiang Yifei, Huang Wei, Song Junhua (Institute for the Control of Agrochemicals, Ministry of Agriculture, Beijing 100125, China)

Abstract: A method for separation and quantitative analysis of benzovindiflupyr TC by HPLC with acetonitrile and H_3PO_4 solution as mobile phase, ZORBAX SB- C_{18} column and DAD at 255nm wavelength was described. The result showed that the linear correlation coefficient was 0.999 8, the standard deviation was 0.14, the variation coefficient was 0.15%, the average recovery was 98.95%.

Key words: benzovindiflupyr; 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, 使用以ZORBAX SB- C_{18} 、 $5\mu\text{m}$ 为填料的不锈钢柱和二极阵列检测器, 在255nm波长下对苯并烯氟菌唑原药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0.999 8, 标准偏差为0.14, 变异系数为0.15%, 平均回收率为98.95%。

关键词: 苯并烯氟菌唑; 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)02-35-03

1 前言

苯并烯氟菌唑英文名称: benzovindiflupyr, CAS号: 1072957-71-1, 分子式: $\text{C}_{18}\text{H}_{15}\text{Cl}_2\text{F}_2\text{N}_3\text{O}_2$, 英文化学名称: N-[9-(dichloromethylene)-1,2,3,4-tetrahydro-1,4-methanonaphthalen-5-yl]-3-(difluoromethyl)-1-methyl-1H-pyrazole-4-carboxamide^[1]。苯并烯氟菌唑属吡唑甲酰胺类杀菌剂, 为琥珀酸脱氢酶抑制剂 (SDHI), 试验结果表明苯并烯氟菌唑与现有杀菌剂无交互抗性, 它能对亚洲大豆锈病提供长效作用^[2]。

目前国内有关苯并烯氟菌唑原药的分析方法尚未见公开报道。本文采用高效液相色谱法, 对苯并烯氟菌唑原药进行分析, 该方法操作简便、快速、准确, 分离效果好, 准确度和精密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℃); 磷酸: 分析纯; 磷酸

收稿日期: 2014-08-22

作者简介: 姜宜飞, 男, 高级工程师, 主要从事农药质量分析与管理工作。联系电话: 010-59194072。

溶液: $\psi(\text{H}_2\text{O}:\text{H}_3\text{PO}_4)=1\ 000:1$; 苯并烯氟菌唑标样: 已知质量分数99.4% (由农业部农药检定所提供); 苯并烯氟菌唑原药 (由某公司提供)。

2.2 仪器 高效液相色谱仪: Agilent 1100, 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: 250mm×4.6mm (i.d.) 不锈钢柱, 内装 ZORBAX SB-C₁₈、5 μm 填充物。

2.3 液相色谱操作条件 流动相: $\psi(\text{乙腈}:\text{磷酸溶液})=70:30$; 流量: 1.0mL/min; 柱温: 40℃; 检测波长: 255nm; 进样体积: 5 μL ; 保留时间: 苯并烯氟菌唑约6.5min。

苯并烯氟菌唑原药的高效液相色谱图(图1)。

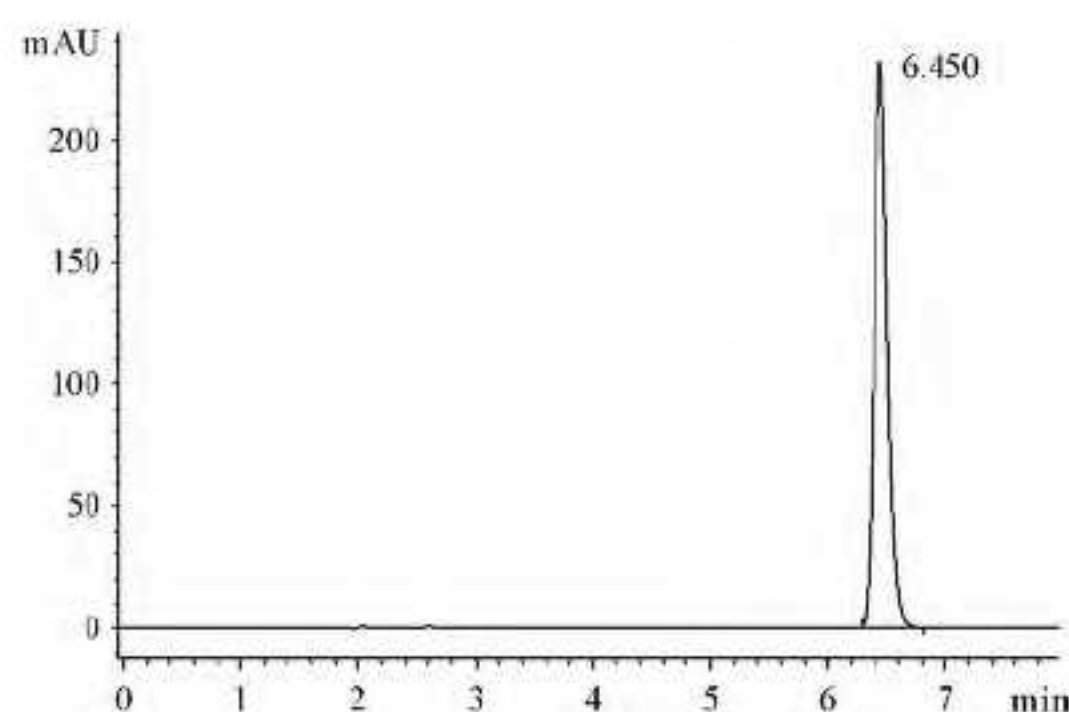


图1 苯并烯氟菌唑原药高效液相色谱图

2.4 测定步骤

2.4.1 标样溶液的配制 称取苯并烯氟菌唑标样0.02g (精确至0.000 02g), 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 称取含苯并烯氟菌唑0.02g的试样 (精确至0.000 02g), 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针标样溶液中苯并烯氟菌唑峰面积分别进行平均。试样中苯并烯氟菌唑的质量分数 $\omega(\%)$,

按下式计算:

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

式中: A_1 —标样溶液中苯并烯氟菌唑峰面积的平均值;

A_2 —试样溶液中苯并烯氟菌唑峰面积的平均值;

m_1 —标样的质量, g;

m_2 —试样的质量, g;

P —标样中苯并烯氟菌唑的质量分数, %。

3 结果与讨论

3.1 色谱条件的选择 通过Agilent 1100高效液相色谱仪的光谱数据采集功能, 获得苯并烯氟菌唑的紫外波长扫描图(图2)。从图中可以看到苯并烯氟菌唑最大吸收波长在195nm处, 在220nm和255nm处也有较大的吸收, 为了尽量减少溶剂的干扰, 将检测波长定为255nm。

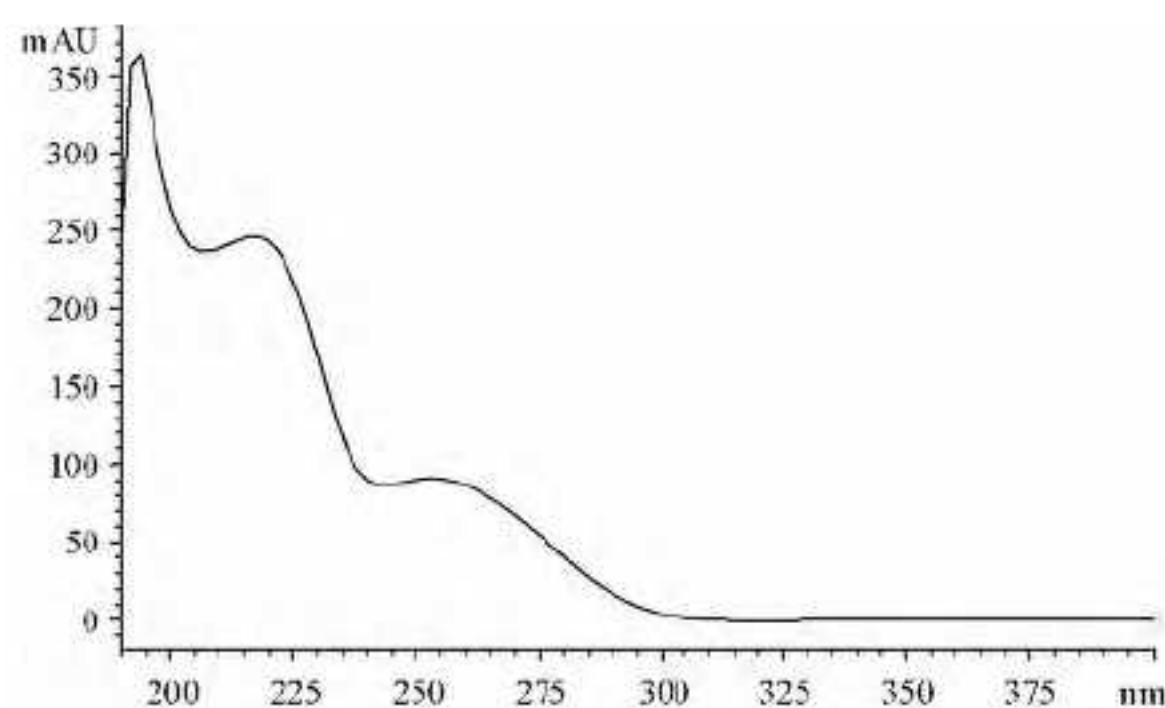


图2 苯并烯氟菌唑紫外吸收谱图

色谱柱选择常用的ZORBAX SB-C₁₈反相柱。依据苯并烯氟菌唑物化性质和溶剂的紫外吸收截止波长, 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 000mL水里加入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 $\psi(\text{乙腈}:\text{磷酸溶液})=70:30$, 在流速1.0mL/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, 并且分析时间较短, 提高了工作效率。

3.2 分析方法的线性相关性试验 将2.4.1中配

制的标样溶液在上述色谱操作条件下进行分析,进样量分别为2、3、5、8、10 μ L,以苯并烯氟菌唑进样质量为横坐标,峰面积为纵坐标绘制标准曲线,得线性方程为 $y=1\,777.27x+25.28$,其线性相关系数为0.999 8。

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,测得苯并烯氟菌唑的标准偏差为0.14,变异系数为0.15% (表1)。

3.4 分析方法的准确度试验 从已知质量分数的苯并烯氟菌唑原药 (98.22%) 中称取5个试样,分别加入一定量的苯并烯氟菌唑标样 (99.4%),在上述色谱操作条件下进行分析,测得苯并烯氟菌唑的平均回收率为98.95% (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 (%)
苯并烯氟菌唑质量分数 (%)	98.12	98.20	98.07	98.44	98.25	98.22	0.14	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	10.92	10.87	21.53	21.23	98.61	98.95
2	11.48	10.11	21.32	21.01	98.55	
3	10.44	10.34	20.53	20.40	99.37	
4	10.36	10.26	20.37	20.18	99.07	
5	10.56	10.59	20.90	20.73	99.19	

4 结论

试验结果表明,本方法具有较高的准确度和精密度,线性关系良好,并且操作简便、快速,是进行产品质量检测较理想的分析方法。

参考文献

- [1] BCPC. The e-Pesticide Manual [CP/DK]. (Version 6.0 2012-11)[2014-07-21].
- [2] 顾林玲. 先正达新有致成分苯并烯氟菌唑拟在巴西登记[J]. 现代农药, 2014 (2):53.

