

# 咪鲜胺的高效液相色谱分析

罗红敏, 薛伟, 胡德禹, 卢平, 张钰萍

(贵州大学 精细化工研究开发中心 教育部绿色农药与生物工程重点实验室, 贵阳 550025)

**摘要:**采用高效液相色谱法分析咪鲜胺原药和制剂,使用C<sub>18</sub>柱和二极阵列检测器(220 nm),以甲醇-水(体积比85:15,磷酸调pH值3.5)为流动相,外标法对有效成分进行定性定量分析。结果表明:咪鲜胺的线性范围为101~707 mg/L,相关系数为0.99998,10%咪鲜胺微乳剂的标准偏差为0.064,变异系数为0.63%,咪鲜胺原药的标准偏差为0.151,变异系数为0.16%。平均回收率:10%咪鲜胺微乳剂为98.96%,咪鲜胺原药为99.12%。

**关键词:**咪鲜胺;高效液相色谱;分析

中图分类号:TQ450.7 文献标志码:A 文章编号:1006-0413(2010)12-0898-02

## Determination of Prochloraz by HPLC

LUO Hong-min, XUE Wei, HU De-yu, LU Ping, ZHANG Yu-ping

(Center for Research & Development of Fine Chemicals, Key Laboratory of Green Pesticide & Bioengineering, Ministry of Education, Guizhou University, Guiyang 550025, China)

**Abstract:** A HPLC method was developed for the determination of prochloraz (formulations and technology) using C<sub>18</sub> column, DAD-detector and mobile phase of methanol-water(H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> adjust pH 3.5, 85:15, by vol). The linear rang was 101-707 mg/L, linear correlation coefficient was 0.99998. The standard deviations were 0.064 for prochloraz 10% ME and 0.151 for technology, the variation coefficient were 0.63% for prochloraz 10% ME and 0.16% for technology, average recoveries were 98.96% for prochloraz 10% ME and 99.12% for technology.

**Key words:** prochloraz; HPLC; analysis

咪鲜胺(prochloraz)化学名称:*N*-丙基-*N*-[2-(2,4,6-三氯苯氧基)乙基]咪唑-1-甲酰胺,是一种广谱性杀菌剂,广泛用于治疗和铲除由尾孢属、核腔菌属、喙孢属、核盘菌属、镰孢属及白粉菌、炭疽菌等致病菌所引起的油料作物、谷类、热带和亚热带水果、观赏植物、蔬菜及各种经济作物的病害<sup>[1]</sup>,也用于种子、苗木处理及防治收获后水果贮存期的病害。我国自20世纪90年代开始对咪鲜胺进行广泛的药效试验,其对花生褐斑病<sup>[2]</sup>、油菜菌核病<sup>[3]</sup>、茶炭疽病<sup>[4]</sup>等都有明显防效,且用量较低。已有报道采用高效液相色谱测定咪鲜胺原药中微量2,4,6-三氯苯酚的含量<sup>[5]</sup>、混配制剂的分析<sup>[6-7]</sup>、残留分析<sup>[8-10]</sup>,但未见关于咪鲜胺原药的分析方法报道,本文采用高效液相色谱法检测咪鲜胺原药和10%咪鲜胺微乳剂中咪鲜胺含量,此方法操作简便、快速、定量准确。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器和试剂

Agilent 1100高效液相色谱仪——二极管阵列检测器, Sartorius PB-10酸度计,电子分析天平,容量瓶等。

甲醇(HPLC用色谱纯),二次重蒸馏水,磷酸(分析纯),咪鲜胺标样(98.4%)、10%咪鲜胺微乳剂和咪鲜胺原药(97%)均由珠海真绿色技术有限公司提供。

### 1.2 色谱操作条件

色谱柱:Lichrospher C<sub>18</sub>,250 mm×4.6 mm(i.d.)不锈钢柱,粒径:5 μm;柱温:室温(20℃);流动相:甲醇-水(体积比85:15,磷酸调pH值3.5);流速:1.0 mL/min;检测波长:220 nm;进样体积:10 μL;保留时间:约7.2 min。上述色谱条件为典型操作参数,可根据不同仪器特点,对给定的操作参数作适当调整,以获得最佳效果。典型高效液相色谱图见图1。

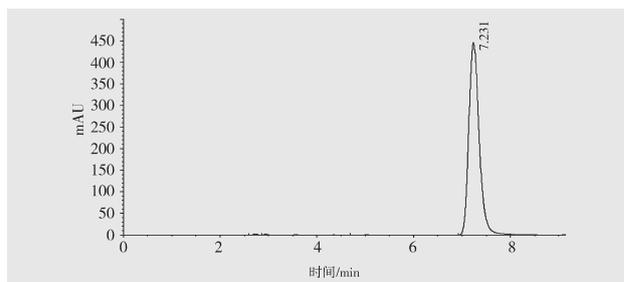


图1 咪鲜胺标样的液相色谱图

### 1.3 操作步骤

#### 1.3.1 标准溶液的配制

称取咪鲜胺标准品0.02 g(精确至0.0002 g)于50 mL容量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,再用0.45 μm滤膜过滤后备用。

收稿日期:2010-05-05,修返日期:2010-07-23

基金项目:农业部农药检定所资助项目(2009F070)

作者简介:罗红敏(1983—),女,硕士研究生,从事农药残留分析研究。

通讯作者:薛伟,男,副教授,硕士研究生导师,主要研究方向:农药合成、农药残留分析。E-mail:shouldww@126.com。

### 1.3.2 试样溶液的配制

分别称取咪鲜胺原药、10%咪鲜胺微乳剂0.02 g(精确至0.0002 g)于50 mL容量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,再用0.45 μm滤膜过滤后备用。

### 1.3.3 测定

在上述操作条件下,待仪器稳定后,连续注入数针标样溶液,直到相邻2针咪鲜胺的峰面积相对变化小于1.0%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。

### 1.3.4 计算

将测得的2针试样溶液和试样溶液前后2针标样溶液中的咪鲜胺的峰面积分别进行平均,以质量百分数表示的咪鲜胺的含量 $X(\%)$ 按下式计算:

$$X(\%) = \frac{A_2 \times m_1 \times P}{A_1 \times m_2} \times 100$$

式中: $A_1$ 为标准溶液中咪鲜胺的峰面积平均值

$A_2$ 为试样溶液中咪鲜胺的峰面积平均值

$m_1$ 为咪鲜胺标样的质量(g)

$m_2$ 为试样的质量(g)

$P$ 为标准品中咪鲜胺的质量分数(%)

## 2 结果与讨论

### 2.1 检测波长的选择

将标准溶液在350~190 nm之间做紫外光谱扫描,发现在205、220、230 nm处有强吸收。选用205 nm测定灵敏度高,但基线干扰较大,而试样在220 nm处吸收较在230 nm处稍强,所以实验选择220 nm作为检测波长。

### 2.2 流动相的选择

在分析过程中,为了得到较好的峰形,又要达到简便、快捷的要求,经过多次配比实验,确定了以甲醇-水(体积比85:15,磷酸调pH值3.5)为流动相,流速为1.0 mL/min,分析时间较短,峰形尖锐、对称,且保留时间适中,可使样品中有效成分及其杂质得到较好的分离。

### 2.3 方法的线性相关性

称取咪鲜胺标准品0.05 g(精确至0.0002 g)于50 mL容量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀。用移液管分别移取该溶液1、2、3、5、7 mL于5个10 mL容量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀。按色谱操作条件进行进样测定,以咪鲜胺溶液的质量浓度( $C$ )为横坐标、峰面积( $A$ )为纵坐标作图,得到相应的线性关系曲线,其线性范围为101~707 mg/L,线性方程 $A=15.597-3.472C$ ,相关系数 $r=0.99998$ 。

### 2.4 方法精密度测定

对同一10%咪鲜胺微乳剂和咪鲜胺原药,准确称取5个平行试样,在上述色谱条件下进行分析,测得10%咪鲜胺微乳剂的标准偏差为0.064,变异系数为0.63%;咪鲜胺原

药的标准偏差为0.151,变异系数为0.16%(见表1)。

表1 精密度测定结果

组分	含量/%					标准 偏差	变异 系数/%	
	1	2	3	4	5 平均值/%			
10%咪鲜胺微乳剂	10.27	10.16	10.14	10.14	10.10	10.16	0.064	0.63
咪鲜胺原药	97.22	97.41	97.53	97.15	97.35	97.33	0.151	0.16

### 2.5 方法准确度测定

称取5份已知含量的10%咪鲜胺微乳剂和咪鲜胺原药试样,分别加入5 mL 303 mg/L标样,在上述色谱条件下进行分析,测得10%咪鲜胺微乳剂的平均回收率为98.96%,咪鲜胺原药的平均回收率为99.12%(见表2)。

表2 准确度测定结果

组分	测定 次数	样品量/ mg	加标量/ mg	理论值/ mg	实测值/ mg	回收率/ %	平均回 收率/%
10%咪鲜胺 微乳剂	1	22.2	1.52	23.72	23.62	99.58	98.96
	2	21.2	1.52	22.72	22.68	99.82	
	3	21.4	1.52	22.92	22.52	98.25	
	4	21.8	1.52	23.32	23.00	98.63	
	5	21.1	1.52	22.62	22.36	98.50	
咪鲜胺原药	1	21.3	1.52	22.82	22.48	98.51	99.12
	2	20.6	1.52	22.12	22.05	99.68	
	3	21.7	1.52	23.22	23.07	99.35	
	4	20.7	1.52	22.22	22.13	99.59	
	5	20.1	1.52	21.62	21.29	98.47	

## 3 结论

综上所述,该方法具有定量准确、重复性好、分析速度快、线性关系良好、操作简便等特点,用于咪鲜胺原药和制剂的含量测定是一种较为理想的分析方法。

### 参考文献:

- [1] 陈道茂译. 杀菌剂扑霉灵(咪鲜胺)[J]. 农药译丛, 1995, 17(3): 63-65.
- [2] 姚凤兰. 咪鲜胺防治花生褐斑病田间试验[J]. 农药, 1999, 38(6): 28-29.
- [3] 刘福海. 25%咪鲜胺乳油防治油菜菌核病的效果[J]. 农药, 2002, 41(12): 34-35.
- [4] 王长方, 卢学松, 游泳, 等. 咪鲜胺防治茶炭疽病药效试验[J]. 农药, 1999, 38(6): 32-33.
- [5] 段文胜, 干丽君, 崔新仪. 咪鲜胺原药中微量2,4,6-三氯苯酚测定方法的研究[J]. 农药科学与管理, 2006, 27(12): 7-9.
- [6] 杨俊柱. 25%咪鲜胺乳油的反相高效液相色谱测定[J]. 农药科学与管理, 2005, 26(7): 4-6.
- [7] 张健, 张涛, 许迪. 20%咪鲜胺·异菌脲悬浮剂的高效液相色谱分析[J]. 农药科学与管理, 2007, 28(9): 11-14.
- [8] PAEOLIM, TACCHEO B M, DAMIANO V, et al. Simplified Determination of Combined Residues of Prochloraz and Its Metabolites in Vegetable, Fruit and Wheat Samples by Gas Chromatography[J]. Journal of Chromatography A, 1997, 765: 127-131.
- [9] LAFUENTE M T, TADEO J L. Residues Analysis of Post-harvest Imidazole Fungicides in Citrus Fruit by HPLC and GLC[J]. Intern J Environ Anal Chem, 1985, 22: 99-108.
- [10] 牛淑妍, 许良忠, 张前前, 等. 咪鲜胺的气相色谱分析[J]. 农药, 2002, 41(10): 21.

责任编辑: 李新