

肟菌酯气相色谱分析方法研究

江小雪

(上海丰山化工科技有限公司, 上海 201612)

Quantitative Analysis of Trifloxystrobin TC by GC

Jiang Xiaoxue (Shanghai Fengshan Chemical Technology Co., Ltd., Shanghai 201612, China)

Abstract: A method for quantitative analysis of trifloxystrobin TC by GC with DB-1 capillary column, dicyclohexyl phthalate as internal standard and FID detector was described. The results showed that the linear correlation coefficient was 0.999 9, the standard deviation was 0.13, the coefficient of variation were 0.14%, the average recovery were 99.7%.

Key words: trifloxystrobin; GC; analysis

摘要: 采用气相色谱法, 用DB-1毛细管柱, 以邻苯二甲酸二环己酯为内标物, 用氢火焰离子化检测器对肟菌酯原药进行定量检测。在选定的色谱条件下, 有效成分、内标物、杂质能得到有效分离。结果表明, 肟菌酯在一定浓度下的线性相关系数为0.999 9, 标准偏差为0.13, 变异系数为0.13%, 平均回收率为99.68%。

关键词: 肟菌酯; 气相色谱; 定量分析

中图分类号: S482.2; O657.7⁺1 文献标识码: A 文章编号: 1002-5480 (2011) 09-43-03

1 前言

肟菌酯是由德国拜耳公司开发的新型含氟杀菌剂, 是具有杀菌活性的天然抗生素 strobilurin A 的合成类似物, 属于甲氧基丙烯酸类杀菌剂, 对子囊菌类、半知菌类、担子菌类和卵菌纲等真菌具有良好的活性。肟菌酯杀菌谱广、活性高、对作物具有保护和治疗作用, 可有效防治白粉病、锈病、网斑病、霜霉病、稻瘟病等^[1, 2]。

目前国内有关肟菌酯原药的分析方法尚未见报道。本文采用毛细管气相色谱法, 对肟菌酯原药进行定性定量分析, 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, 适用于产品质量的分析

检测。

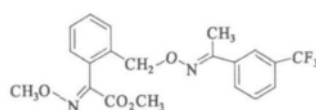


图1 肟菌酯结构式

2 实验部分

2.1 仪器和试剂 仪器: 岛津GC-2010plus, FID检测器, 带自动进样器, 岛津GC Solution色谱工作站, DB-1 (30m×0.32mm×0.25μm) 毛细管柱。试剂: 丙酮 (色谱纯); 肟菌酯标样 (已知质量分数≥99%, 上海安谱公司); 肟菌酯原药 (市售); 邻苯二甲酸二环己酯 (色谱纯)。

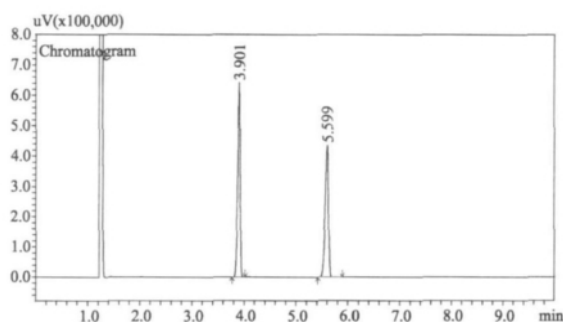
2.2 气相色谱操作条件 进样口温度: 260℃, 柱温: 240℃, 检测器温度: 270℃, 载气: 高纯

收稿日期: 2011-06-08

作者简介: 江小雪 (1985-), 女, 陕西人, 主要从事农药分析工作。E-mail: jiangdasuang@163.com。

氮气, 载气流速: 2.0 mL/min, 分流比: 40:1, 进样体积: 1 μ L。脞菌酯保留时间: 约3.9 min, 内标 (邻苯二甲酸二环己酯) 保留时间约5.6 min。

上述气相色谱操作条件系典型的操作参数, 可根据不同的仪器对参数作适当的调整, 以期获得最佳的效果。脞菌酯标样和试样气相色谱图 (图2、3)。



脞菌酯 (3.901 min), 邻苯二甲酸二环己酯 (5.599 min)

图2 脞菌酯标样气相色谱图

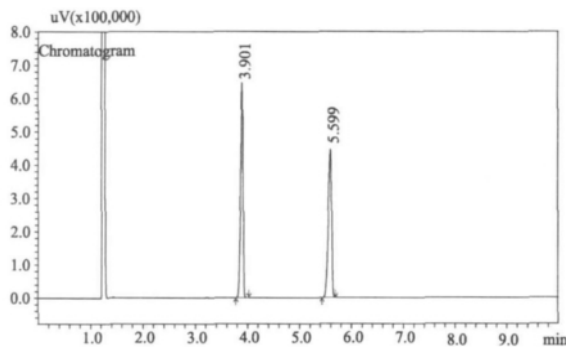


图3 脞菌酯原药样品色谱图

2.3 测定步骤

2.3.1 内标溶液配制 称取约0.7 g邻苯二甲酸二环己酯至100 mL容量瓶中, 用丙酮稀释到刻度, 摇匀后备用。

2.3.2 标准溶液的配制 准确称取脞菌酯标准品50 mg (精确至0.1 mg) 至10 mL容量瓶中, 用移液管加入5 mL邻苯二甲酸二环己酯内标溶液, 摇匀备用。

2.3.3 样品溶液的配制 准确称取脞菌酯原药样品50 mg (精确至0.1 mg) 至10 mL容量瓶中, 用移液管加入5 mL内标溶液, 摇匀备用。

2.3.4 测定 在上述操作条件下, 待仪器稳定

后, 先连续注入数针标样溶液, 直至相邻两针的相对响应值变化 $\leq 1.5\%$ 后, 按标准溶液、样品溶液、样品溶液、标准溶液的顺序进行测定。

2.3.5 计算 将测得两针样品溶液及样品溶液前后两针标样溶液中脞菌酯与内标物的峰面积比值分别进行平均, 样品中脞菌酯的质量分数 $X(\%)$ 按下式计算。

$$X(\%) = \frac{R \times W'}{R' \times W} \times P \times 100$$

式中: W' —脞菌酯标样的质量 (mg);

R —样品溶液中脞菌酯峰面积与内标峰面积比的平均值;

W —脞菌酯样品的质量 (mg);

R' —标准溶液中脞菌酯的峰面积与内标峰面积的比值;

P —脞菌酯标样的纯度 (%);

3 结果与讨论

3.1 内标物的选择 用气相色谱对脞菌酯进行准确的定量测定, 需要选择一个合适的内标, 可以和脞菌酯很好的分离, 并且相对保留时间和响应值都差别不大。实验中选择了邻苯二甲酸二丁酯、邻苯二甲酸二正戊酯、邻苯二甲酸二环己酯等常用的内标, 结果表明在上述色谱条件下, 邻苯二甲酸二环己酯作内标物时, 内标物色谱峰与分析物色谱峰能很好的分离, 不受杂质的干扰, 出峰时间适中, 峰形较好。

3.2 线性关系试验 称取标样1.037 9 g于20 mL的容量瓶中, 用丙酮溶解, 定容, 作为标准储备液。分别移取0.1、0.2、0.5、1、2、3 mL的上述溶液于10 mL容量瓶中, 用移液管准确加入5 mL内标液, 然后用丙酮定容到10 mL, 摇匀, 作为工作溶液, 在上述色谱条件下进行测定。以脞菌酯与内标物的质量比为横坐标, 相应的峰面积比为纵坐标作图。得到线性回归方程为 $Y = 0.8052X - 0.0909$, 相关系数为0.9999, 说明脞菌酯在上述浓度范围内具有很好的线性关系 (表1)。

3.3 精密度试验 用同一样品, 按照上述方法平行测定6次, 测得脞菌酯的标准偏差为0.13,

变异系数为0.13%。肟菌酯的测定方法精密度较好,符合分析的要求(表2)。

3.4 准确度试验 采用添加回收率的方法测定方法的准确度。在已知含量的样品中,分别加

入不同质量的已知标样,再测试其含量计算理论结果和实际结果的差异。本次试验方法的回收率在99.11~100.44%之间,平均回收率为99.68%,准确度较好。

表1 线性关系试验结果

编号	1	2	3	4	5	6
肟菌酯与内标物的质量比	0.146 8	0.293 6	0.734 0	1.468 0	2.936 0	4.404 0
肟菌酯与内标物得峰面积比	0.055 4	0.128 5	0.490 5	1.083 6	2.278 9	3.456 1

表2 精密度试验结果

编号	1	2	3	4	5	6	平均值 (%)	标准偏差	变异系数 (%)
肟菌酯质量分数 (%)	96.42	96.71	96.35	96.47	96.61	96.55	96.52	0.13	0.13

表3 回收率试验

编号	理论值 (mg)	实测值 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)
1	19.23	19.11	99.38	99.68
2	40.85	41.03	100.44	
3	50.71	50.80	100.18	
4	71.89	71.25	99.11	
5	98.33	97.61	99.27	

4 结论

试验结果表明,本方法的线性关系良好,准确度和精密度较高,符合分析的要求。该方法操作简便、快速、准确,可以达到定量分析的要求。

参考文献

- 1 肟菌酯. 农药科学与管理[J]. 2010,31(4): 57~58.
- 2 陆翠军,刘建华,杜晓华. 肟菌酯的合成工艺[J]. 农药, 2011, 50(3): 187~191.