

# 双炔酰菌胺原药高效液相色谱分析方法研究

姜宜飞, 李友顺, 赵永辉

(农业部农药检定所, 北京 100125)

## Analytical Method of Mandipropamid TC By HPLC

Jiang Yifei, Li Youshun, Zhao Yonghui (Institute for the Control of Agrochemicals, Ministry of Agriculture, Beijing 100125)

**Abstract:** A method for separation and quantitative analysis of mandipropamid TC by HPLC with acetonitrile and  $H_3PO_4$  solution as mobile phase, ZORBAX Extend- $C_{18}$  column and DAD at 230nm wavelength was described. The result showed that the linear correlation coefficient was 0.999 7, the standard deviation was 0.21, the variation coefficient was 0.22%, the average recovery was 100.0%.

**Key words:** mandipropamid; 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 Extend- $C_{18}$ 、 $5\mu m$ 为填料的不锈钢柱和二极阵列检测器, 在270nm波长下对双炔酰菌胺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 7; 标准偏差为0.21; 变异系数为0.22%; 平均回收率为100.0%。

**关键词:** 双炔酰菌胺; 原药; 高效液相色谱; 分析

中图分类号: S482.2; O657.7<sup>2</sup> 文献标识码: A 文章编号: 1002-5480 (2011) 10-46-03

## 1 前言

双炔酰菌胺英文名称: mandipropamid, CAS号: 374726-62-2, 分子式:  $C_{23}H_{22}ClNO_4$ , 化学名称: 2-(4-氯-苯基)-N-[2-(3-甲氧基-4-(2-丙炔氧基)-苯基)-乙烷基]-2-(2-丙炔氧基)-乙酰胺。双炔酰菌胺属酰胺类杀菌剂, 其作用机理为抑制磷脂的生物合成, 对绝大多数由卵菌引起的叶部和果实病害均有很好的防效, 对处于萌发阶段的孢子具有较高的活性, 并可抑制菌丝成长和孢子形成<sup>[1-3]</sup>。

收稿日期: 2011-06-27

作者简介: 姜宜飞(1978-), 男, 山东威海人, 工程师, 主要从事农药分析方面的工作。联系电话: 010-59194072。

目前双炔酰菌胺具体的分析方法未见报道。

本文采用高效液相色谱法, 对双炔酰菌胺原药进行分析, 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质量检测的参考方法。

## 2 试验部分

2.1 试剂和溶液 乙腈: 色谱纯; 水: 新蒸2次蒸馏水; 磷酸: 分析纯; 磷酸溶液:  $\psi$  ( $H_2O:H_3PO_4$ ) = 1 000:1; 双炔酰菌胺标样: 已知质量

分数,  $\geq 99.0\%$  (农业部农药检定所提供); 双炔酰菌胺原药 (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 $\times$ 4.6mm (i.d) 不锈钢柱, 内装 ZORBAX Extend-C<sub>18</sub>、5 $\mu$ m 填充物。

2.3 液相色谱操作条件 流动相:  $\psi$  (乙腈:磷酸溶液) = 60:40; 流量: 1.0mL/min; 柱温: 30 $^{\circ}$ C; 检测波长: 230nm; 进样体积: 3 $\mu$ L; 保留时间: 双炔酰菌胺约 5.8min。

上述液相色谱操作条件, 系典型操作参数, 可根据不同仪器特点, 对给定的操作参数作适当调整, 以期获得最佳效果。典型的双炔酰菌胺标样和原药的高效液相色谱图 (图1、2)。

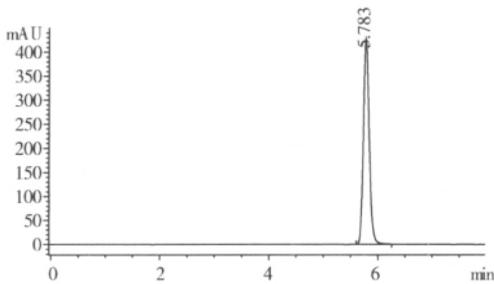


图1 双炔酰菌胺标样高效液相色谱图

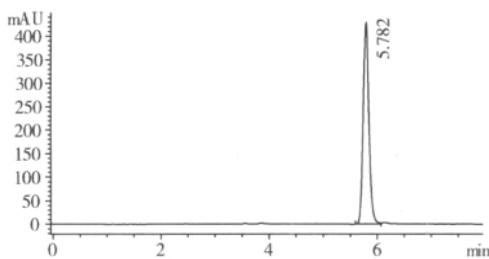


图2 双炔酰菌胺原药高效液相色谱图

## 2.4 测定步骤

2.4.1 标样溶液的配制 称取双炔酰菌胺标样 0.05g (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 称取含双炔酰菌胺 0.05g 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 针标样溶液中双炔酰菌胺峰面积分别进行平均。试样中双炔酰菌胺的质量分数  $\omega$  (%), 按式 (1) 计算:

$$\omega = \frac{A_1 \times m_1 \times P}{A_2 \times m_2} \times 100\% \quad (1)$$

式中:  $A_1$ — 标样溶液中双炔酰菌胺峰面积的平均值;

$A_2$ — 试样溶液中双炔酰菌胺峰面积的平均值;

$m_1$ — 标样的质量, g;

$m_2$ — 试样的质量, g;

$P$ — 标样中双炔酰菌胺的质量分数, %。

## 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, 获得双炔酰菌胺的紫外波长扫描图 (图3)。从图中可以看到双炔酰菌胺最大吸收波长在 195nm 附近, 在 230nm 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 230nm。

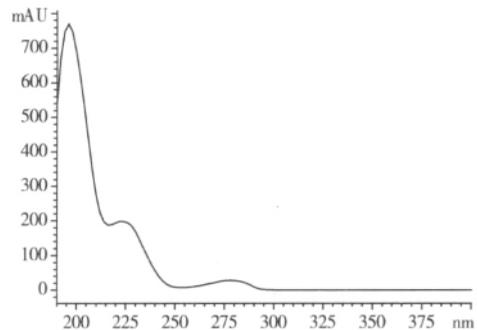


图3 双炔酰菌胺紫外吸收谱图

色谱柱选择常用的反相填料 ZORBAX Extend-C<sub>18</sub> 柱。依据双炔酰菌胺物化性质, 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  $\psi$  (乙腈:磷酸溶液) = 60:40, 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1、2、3、5、10 $\mu$ L,以双炔酰菌胺质量为横坐标,峰面积为纵坐标绘制标准曲线,得线性方程为 $y=2\ 319.98x-136.96$ ,其线性相关系数为0.999 7(表1、图4)。

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,测得双炔酰菌胺的标准偏差为0.21,变异系数为0.22%(表2)。

3.4 分析方法的准确度试验 称取5份一定量

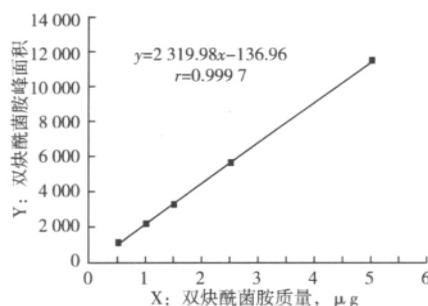


图4 双炔酰菌胺线性关系图

的试样,分别准确加入10mL2.4.1中配制的标样溶液,在上述色谱操作条件下进行分析,测得双炔酰菌胺的平均回收率为100.0%(表3)。

表1 分析方法的线性相关性试验结果

编号	1	2	3	4	5
双炔酰菌胺质量, $\mu$ g	0.50	1.00	1.50	2.50	5.00
双炔酰菌胺峰面积	1 110.423 47	2 202.589 62	3 237.828 61	5 621.654 12	11 502.541 27

表2 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 (%)
双炔酰菌胺质量分数, (%)	95.91	95.38	95.81	95.54	95.73	95.67	0.21	0.22

表3 分析方法的准确度试验结果

编号	理论值 (mg)	实测值 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)
1	50.21	50.11	99.80	100.0
2	49.25	49.29	100.08	
3	51.28	51.39	100.21	
4	48.97	49.00	100.06	
5	50.96	50.78	99.65	

#### 4 结论

试验结果表明,本方法的准确度和精密度较高,线性关系良好,具有简便、快速、准确及分离效果好的优点,是一种可行的分析方法。

#### 参考文献

1 C D S Tomlin. The e-Pesticide Manual [CP/DK]. (Version

5.0 2009-2010) [2011-01-31].

2 中国农药信息网. 双炔酰菌胺[DB/OL]. 北京: 中华人民共和国农业部农药检定所 [2011-01-31]. <http://www.chinapesticide.gov.cn/service/zhcx/vip-tymc-yxcf.asp?aiid=FUNAN>.

3 百度百科.双炔酰菌胺[DB/OL]. (2011-01-07)[2011-01-31]. <http://baike.baidu.com/view/2422151.htm>.