

# 40% 啉菌恶唑·福美双悬乳剂高效液相色谱分析

董广新, 周良佳, 杜薇  
(沈阳化工研究院, 沈阳 110021)

**摘要** 采用高效液相色谱法分析啉菌恶唑·福美双悬乳剂。试样溶解于甲醇, 试样中啉菌恶唑和福美双在200mm × 4.6mm (i.d.) 不锈钢柱, 内装 YWG C18 填充物(5μm), 以甲醇-水为流动相, 以紫外为检测器, 在220nm 下进行分离和测定。啉菌恶唑和福美双标准偏差分别为0.18和0.19, 变异系数分别为2.28%和0.59%, 平均回收率分别为99.09%和99.38%, 线性相关系数分别为0.9896和0.9563。

**关键词** 啉菌恶唑, 福美双, 高效液相色谱, 分析

中图分类号: TQ450.7 文献标识码: A 文章编号: 1006-0413(2005)12-551-02

## HPLC Analysis of SYP-Z048·Thiram SE

DONG Guang-Xin, ZHOU Liang-Jia, DU Wei

(Shenyang Research Institute of Chemical Industry, Shenyang 110121, China)

**Abstract:** An HPLC method was used to analyze SYP-Z048·Thiram SE. The sample was dissolved in methanol, and SYP-Z048·Thiram SE in the sample was separated and determined using a 200 × 4.6 mm (i.d) stainless steel column packed with YWG C18 (5μm), with methanol-water as the mobile phase and UV detection at 220 nm. Respective standard deviations, coefficients of variation, and average recovery were 0.18, 2.28%, and 99.09% for SYP-Z048, and 0.19, 0.59%, and 99.38% for thiram.

**Key words:** SYP-Z048, thiram, HPLC, analysis

啉菌恶唑是沈阳化工研究院创制的一种新型高效广谱性杀菌剂, 它有独特的作用机制和广谱的杀菌活性<sup>[1]</sup>。主要用于防治蔬菜灰霉病、叶霉病, 黄瓜黑星病, 小麦白粉病, 水稻稻瘟病等, 是目前杀菌剂中比较优良的品种之一<sup>[2]</sup>。福美双化学名称四甲基秋兰姆二硫化物, 是一种具保护作用的广谱杀菌剂, 主要用于处理种子和土壤, 防治禾谷类黑穗病和多种作物的苗期立枯病。也可用于喷洒, 防治一些果树、蔬菜病害。目前国内多家化工厂进行生产。

有关啉菌恶唑·福美双复配制剂的分析, 目前尚未见公开报道。本文采用反相高效液相色谱法, 使用 YWG C18 反相柱和紫外检测器, 对有效成分进行分析和定量。此方法同时适用于啉菌恶唑、福美双原药及制剂的分析, 并具有简便、快速、准确、灵敏度高、重复性好的特点。适用于产品质量的检测分析。

### 1 试验部分

#### 1.1 试剂和溶液

乙腈: 色谱级; 甲醇: 色谱级; 水: 新蒸2次蒸馏水; 啉菌恶唑标样: 已知含量 98.0%; 福美双标样: 已知含量 98.0%。

#### 1.2 仪器

高效液相色谱仪: 具可变波长检测器色谱数据处

理机; 色谱柱: 200mm × 4.6mm (i.d.) 不锈钢柱, 内装 YWG C18 填充物, 粒径5μm; 微量注射器: 25μl; 超声波清洗器。

#### 1.3 高效液相色谱操作条件

流动相: 甲醇+水=70+30(V/V); 流量: 1.0ml/min; 柱温: (室温±2); 检测波长: 220nm; 进样体积: 10μl; 保留时间: 啉菌恶唑11.0min (E)、12.6min (Z), 福美双4.7min。

上述操作条件是典型的, 可根据仪器特点对操作参数作适当调整, 以期获得最佳效果。典型的40% 啉菌恶唑·福美双悬乳剂高效液相色谱图见图1。

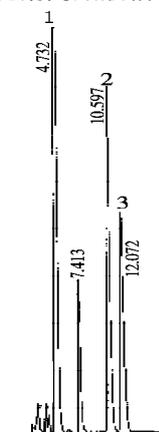


图1 啉菌恶唑·福美双悬乳剂高效液相色谱图

收稿日期: 2005-04-25, 修返日期: 2005-09-18

作者简介: 董广新(1968-), 沈阳人, 工程师, 从事农药配方与分析工作。电话: 024-85869116, E-mail: guangxin\_1999@yahoo.com.cn

## 1.4 测定步骤

### 1.4.1 标样溶液的配制

称取啶菌噁唑标准品0.01g(精确至0.0002g),福美双标准品0.04g(精确至0.0002g)于50ml容量瓶中,加入约45ml甲醇溶解,在超声波清洗器上振荡10min,使标样完全溶解,冷却至室温,用甲醇定容,摇匀。

### 1.4.2 试样溶液的配制

称取试样0.125g(精确至0.0002g)于50ml容量瓶中,加入约45ml甲醇溶解,在超声波清洗器上振荡10min,使试样完全溶解,冷却至室温,用甲醇定容,摇匀。试样溶液经离心分离后,取上层清液。

### 1.4.3 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,计算各针响应值,待相邻2针的响应值变化小于1.2%,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。

### 1.4.4 计算

将测得的2针试样溶液以及试样前后2针标样溶液的峰面积,分别进行平均。

试样中啶菌噁唑(福美双)质量分数 $X_1$ (%),计算公式如下:

$$X_1 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot P}{A_1 \cdot m_2}$$

式中: $A_1$ 为标样溶液中啶菌噁唑(福美双)峰面积的平均值;

$A_2$ 为试样溶液中啶菌噁唑(福美双)峰面积的平均值;

$m_1$ 为啶菌噁唑(福美双)标样的质量;

$m_2$ 为试样的质量;

$P$ 为标样中啶菌噁唑(福美双)的质量分数。

### 1.4.5 允许差

2次平行测得结果之差,福美双应不大于0.6%。啶菌噁唑应不大于0.3%,取其算术平均值作为测定结果。

## 2 结果与讨论

### 2.1 流动相的选择

分别试用不同比例的甲醇+水,乙腈+水作为流动相,对试样进行分离检测,结果发现在分离程度基本

相同的情况下,用甲醇+水作为流动相的操作压力比乙腈+水作为流动相的操作压力低,而且分离时间短,色谱峰尖锐。综合以上因素,最终选定甲醇+水作为流动相,比例为70:30。

### 2.2 检测波长的选择

在210~290nm波长范围内进行选择,发现220nm作为检测波长时,啶菌噁唑和福美双均有较强吸收峰,最终选定220nm作为检测波长。

### 2.3 方法的线性相关性测定

线性关系是称取不同量的标样(5组)稀释至相同的体积进样分析,得到响应值,以浓度为横坐标,与其相应的峰面积为纵坐标,绘制线性关系曲线。线性方程为:啶菌噁唑, $y=0.433x$ , $R^2=0.9896$ ;福美双, $y=0.8428x+0.8198$ , $R^2=0.9563$ 。

### 2.4 方法精密度试验

选取有代表性的40%啶菌噁唑·福美双悬乳剂试样1个,按上述色谱操作条件平行测定若干次,啶菌噁唑和福美双标准偏差分别为0.18和0.19,变异系数分别为2.28%和0.59%。

### 2.5 方法准确度试验

为了考查分析方法的准确度,做产品的回收率试验。方法是在定量的40%啶菌噁唑·福美双悬乳剂中加入已知含量的啶菌噁唑和福美双的标样,按上述色谱操作条件分析其含量,测得啶菌噁唑和福美双平均回收率为99.09%和99.38%。

## 3 结论

本文提出的40%啶菌噁唑·福美双悬乳剂有效成分含量的分析方法,有较高的准确度(平均为99.38%)和精密度,并且操作简便、快速,是工业化生产时进行产品质量检测较理想的分析方法。

### 参考文献

- [1] 司乃国,张宗俭,刘君丽,等.创制杀菌剂啶菌噁唑的生物活性及应用研究( )黄瓜灰霉病[J].农药,2004,43(2):61-64
- [2] 刘君丽,司乃国,陈亮,等.创制杀菌剂啶菌噁唑的生物活性及应用研究( )番茄叶霉病[J].农药,2004,43(3):103-106

责任编辑:赵平

## 天津市将出台6项制度措施抬高农药入市门槛

为确保广大市民吃上安全健康的农产品,天津市将加强对农药的监督管理,从农药生产、销售、使用、农产品质量跟踪等多个方面加以规范,鼓励和支持开发、研制、生产及使用安全、高效、经济型农药,禁止在蔬菜、瓜果、茶叶及中草药等作物上使用高、剧毒农药。为了从源头上防止农产品污染,天津市将有望出台6项制度措施,即农药监督管理预警机制;动态跟踪监督制度;对于高、剧毒农药、杀鼠剂实行核准定点经营制度;销售和使用高、剧毒农药的限制、禁止制度;无公害农产品生产检测制度;杀鼠剂的监督管理制度。