

氟环唑高效液相色谱分析

陈振山, 王素丽, 刘丰茂

(中国农业大学理学院应用化学系, 北京 100094)

摘要 建立了一种用高效液相色谱测定氟环唑的定量分析方法。采用C18 HPLC色谱柱,以乙腈/水(85/15)为流动相,选择205nm为检测波长进行检测。结果表明本方法的标准偏差为0.14%,变异系数为0.16%,相关系数 r 为0.9996,平均回收率为99.91%。

关键词 氟环唑, 高效液相色谱法

中图分类号:TQ450.7 文献标识码:A 文章编号:1006-0413(2004)12-557-02

Determination of Epoxiconazole by HPLC

CHEN Zhen-Shan, WANG Su-Li, LIU Feng-Mao

(Department of Applied Chemistry, College of Sciences, China Agricultural University, Beijing 100094, China)

Abstract: A quantitative HPLC procedure for epoxiconazole analysis was established using a C18 HPLC column, acetonitrile/water (85/15) as the mobile phase, and determination at 205 nm. The method gave a standard deviation of 0.14%, a coefficient of variation of 0.16%, a correlation coefficient of 0.9996, and an average recovery of 99.9%.

Key words: epoxiconazole, HPLC

氟环唑是一种由德国巴斯夫公司研发的具有预防和防治效果的广谱杀菌剂^[1],目前国内外尚未有对其进行色谱定量分析的报道。本方法使用反相高效液相色谱,外标法测定氟环唑中有效成分含量,操作简便、快速,结果重现性好,定量准确。

1 试验部分

1.1 仪器与试剂

仪器: HP-1100型高效液相色谱仪,附有HP-1100系列四元泵, VWD全波长紫外检测器,试剂乙腈(色谱纯)、水(二次蒸馏)、氟环唑标样(已知含量 $\geq 95.0\%$)。

1.2 高效液相色谱操作条件

色谱柱: Discovery C18 Column(250mm $\times$ 4.6mm(id) 不锈钢柱); 流动相: 乙腈+水=85+15(V/V); 柱温: 室温; 流速: 1.0ml/min; UV检测波长: 205nm; 进样体积: 10 μ l。

典型的氟环唑高效液相色谱图见图1。

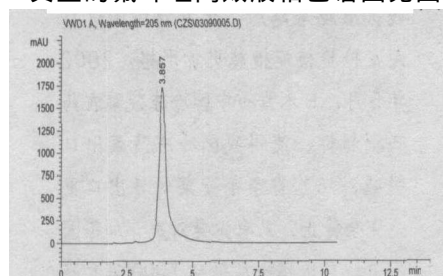


图1 氟环唑标样高效液相色谱图

1.3 溶液的配制

a) 标样溶液的配制

称取氟环唑标样0.0251g(精确至0.0002g),置于25ml容量瓶中,用乙腈溶解并稀释至刻度,摇匀,超声波处理1min,冷却备用。

b) 试样溶液的制备

称取经充分混匀的试样0.0104g(精确至0.0002g),置于25ml容量瓶中,用乙腈溶解并稀释至刻度,摇匀,超声1min,冷却备用。

c) 测定在上述操作条件下,待仪器系统平衡稳定后,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。

d) 计算将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中氟环唑的峰面积分别平均,试样中氟环唑的质量分数 $X(\%)$,按下式计算:

$$X = (A_2 \times m_1 \times P) / (A_1 \times m_2)$$

式中: A_1 为标样溶液中氟环唑峰面积的平均值

A_2 为试样溶液中氟环唑峰面积的平均值

m_1 为氟环唑标样的质量(g)

m_2 为氟环唑试样的质量(g)

P 为标样中氟环唑的质量分数(%)

2 结果与讨论

2.1 检测波长的选择

氟环唑紫外全波长扫描图见图2,从图中可以读出氟环唑最大紫外吸收波长为197nm,但由于采用较低检

收稿日期:2004-04-12

作者简介: 陈振山(1981-),男,内蒙古呼和浩特人,现为中国农业大学硕士研究生,主要从事农药残留分析方面的研究。

E-mail: cauczs@163.com

测波长时,基线不稳定,试剂对检测有干扰,因此在基本保证检测灵敏度的情况下,选择较大波长进行检测可以降低试剂的干扰。本实验选择 205nm 进行检测。

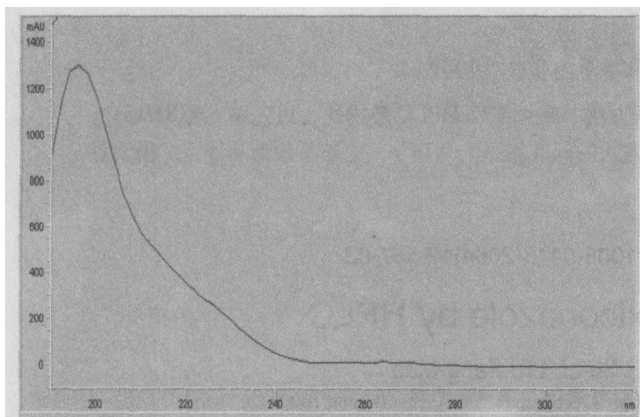


图2 紫外全波长扫描图

2.2 线性相关性试验

将氟环唑配制成不同浓度的标准溶液,在上述

色谱条件下进样测定,结果表明氟环唑浓度在 200~1000mg/L 分析范围内,有较好的线性关系,回归方程为: $y=1.7085x+65.1$, 相关系数 $r=0.9996$ 。

2.3 分析方法精密度试验

对同一氟环唑样品,按上述操作进行多次重复测定,测得相对标准偏差为 0.14%,变异系数为 0.16%。

2.4 方法的准确度测定

在已知含量氟环唑样品中添加一定量的氟环唑纯品,在上述条件下测定,测得平均回收率为 99.91%。

3 结论

以上研究表明,本方法具有操作简便、快速、准确度高、精密度高等特点,适用于氟环唑生产控制、加工工艺改进和制剂质量检测等领域。

参考文献

[1] The e-Pesticide Manual 2000-2001(Twelfth Edition) Version 2.0

责任编辑:夏彩云

国内杀菌剂需求增加

据报道由于生活水平提高,蔬菜果树种植面积增加,杀菌剂需求增加。2004 年前半年杀菌剂销售量(4.81 万吨)比 2003 年同期(3.97 万吨)增加了 21.2%。另外杀虫剂和除草剂也有增加。其中杀虫剂增加 2.4%,除草剂增加 12.6%。(LCL)

杀虫剂硫丹的制备工艺

美国专利 US20040092751 公开了制备杀虫剂硫丹的新工艺;该专利称制得的硫丹不仅光活性有效体纯度高,而且非有效体可以回收并循环使用进而制得有效体。(LCL)

麦田除草剂丙苯磺隆在美上市

拜耳公司新型磺酰脲类(磺酰胺基羰基三唑啉酮类)麦田除草剂丙苯磺隆(通用名称:propoxycarbazone-

sodium, 商品名称:Olymus)2004 年 7 月 30 日在美上市。丙苯磺隆主要用于防除禾本科杂草如看麦娘、雀麦等和一些重要的阔叶杂草。为了扩大杀草谱,丙苯磺隆还可与 2,4-滴,2 甲 4 氯混用。(LCL)

日本农药检测又出新规

农产品几乎不许有残留

日本有关部门日前出台《食品卫生法》修正案,规定从 2006 年起,我国江苏省苏北地区的莲藕如果出口日本,有关农药残留的检测将在现有 51 项基础上再加 178 项,且没有最低标准。业内人士称,这一规定将使农药残留检出的可能性增加了数十倍。

据了解,日本这项规定是在对我国出口菠菜封杀令尚未解除的情况下出台的,在现行制度所涉及的 130 种农作物、229 种农药、9000 个农残标

准基础上,进一步扩展到了 135 种农作物、724 种农药、28000 个农残标准,自 2006 年 5 月起正式推行可用农药清单制度。虽然具体基准值尚在讨论中,但采用 0.01ppm 的可能性很大。而一旦确定,意味着进入日本市场的农作物几乎不允许有农药残留。

日本是江苏省蔬菜出口主要市场之一,年出口量最可达 30 万吨,创汇近 1.5 亿美元。日本对进口蔬菜农残标准越来越严,尤其对中国进口蔬菜检验检疫措施更加严格。2002 年 5 月,日本宣布中国冷冻菠菜农药残留超标,使得我国冷冻菠菜出口锐减,江苏省今年菠菜对日出口更是完全停止,只有少量对美、加等国出口,且价格也从每吨 1000 美元降到了 500 美元。