

高效液相色谱分析农业杀菌剂配方中的活性化合物应用

农业，特殊化学，环境，农业化学

作者

James D. McCurry
Agilent Technologies, Inc.
2850 Centerville Road
Wilmington, DE 19808-1610
USA

摘要

液相色谱已成为农业杀菌剂配方中活性组分常规分析的强大工具。使用常规的反相条件和紫外/可见光检测器，不需要大量的样品制备或纯化方法来分离活性组分和其余样品基质，就可以轻易分离和检测活性组分。

前言

农用化学品配方通常含有一种活性组分和若干种非活性组分，如用来增强产品效果的表面活性剂。活性组分的极性或者热不稳定性以及表面活性剂的高分子量和极性等特性限制了气相色谱对此类配方的分析。因此，液相色谱为农用配方中活性组分的常规分析提供了最佳解决方案。

实验样品为一种商业杀菌剂配方，其活性组分是 N, N-[1,4-piperazinediylbis (2,2,2-trichloroethylidene)] bisformamide，重量含量为 6.5%。上述化合物也叫噻氮灵 (CAS 注册号为 26644-46-2)，其结构如图 1 所示。配方中的非活性组分为环己酮、N-甲基-吡咯烷和 Atlox 3406-F。Atlox 3406-F 是一种农用分散剂，它由离子型和非离子型表面活性剂以及芳香溶剂组成。电喷雾/液质联用分析能够轻易分离和鉴定出该配方中的噻氮灵 [1]。

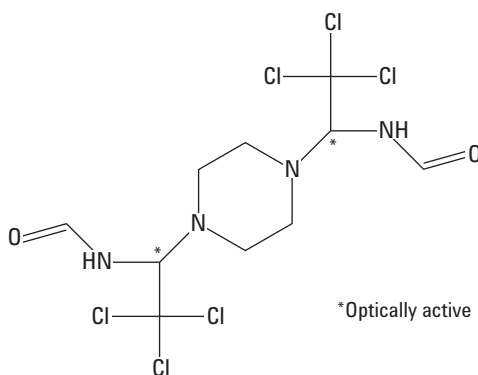


图 1. 噻氮灵的化学结构，是一些商品杀菌剂配方中的活性组分



实验部分

制备 10% (v/v) 杀菌剂配方的乙腈溶液，用于安捷伦 1100 系列液相系统分析。该系统由真空脱气机，二元泵，自动进样器，柱温箱，二极管阵列紫外/可见光检测器组成。液相分析条件如表 1 所示。

表 1. 液相分析条件

液相色谱条件

色谱柱:	Zorbax® XDB-C8, 150 × 4.6 mm, 5 μm (p/n 993967-906)
流动相A:	0.1% 甲酸水溶液
流动相B:	乙腈
流动相梯度:	0 分钟 30% B; 7 分钟 50% B; 10 分钟 95% B
流速:	1.0 mL/min
进样量:	1 mL
柱温:	30 °C
检测器:	二极管阵列
信号波长:	254 nm
信号峰宽:	10 nm
参考波长:	500 nm
参考峰宽:	40 nm

结果与讨论

图 2 为杀菌剂配方的色谱图。该配方的活性组分，噻氨灵，在 7.5 分钟和 7.8 分钟之间以两个色谱峰流出。噻氨灵这两个色谱峰的出现可以从结构的立体化学来解释。图 3 为噻氨灵的四种立体异构。这四个结构可以分为两对互为镜像的非对映异构体。S, R 和 R, S 结构是镜像重叠的，形成没有光学活性且物理性质不同的内消旋化合物。因此，由于 S, R 和 R, S 结构是一样的，在色谱上它们是以一个峰共流出的。第二组镜像是 R, R 和 S, S 结构，它们不能镜像重叠，所以对映异构体具有不同光学活性，但物理性质相同。常规的反相色谱不能分离这些对映异构体，它们会以一个峰共流出。但是，这些对映异构体和内消旋化合物可以在反相色谱中分离。这就是为什么只有两个噻氨灵峰，一个是内消旋化合物，一个是对映体。如果没有标准品，就不能确认色谱上的两个峰。

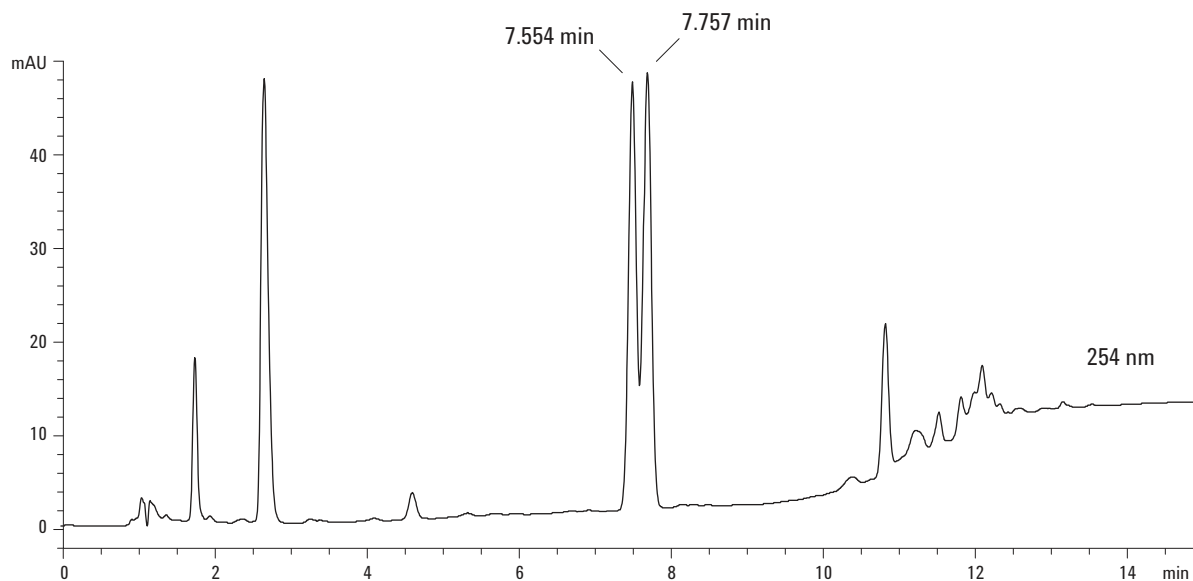


图 2. 含有噻氨灵活性组分的农业杀菌剂配方的色谱图。保留时间为 7.554 分钟和 7.757 分钟的两个峰为噻氨灵的光学异构体

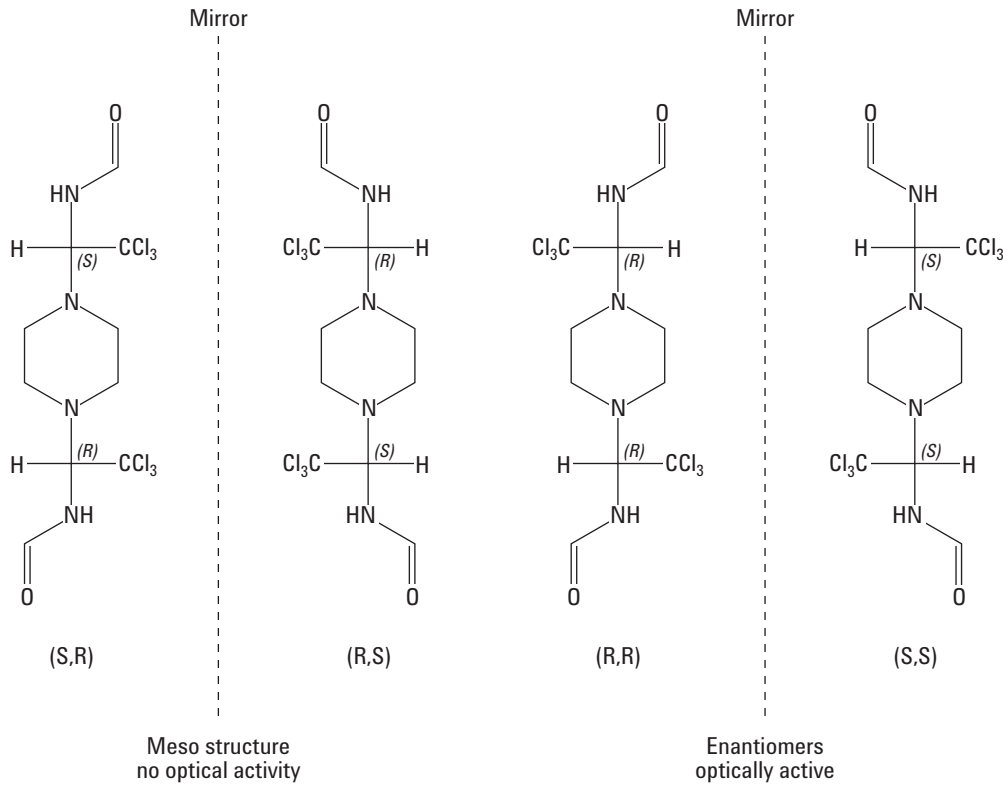


图 3. 由两个手性碳原子产生的四个噻嗪灵立体结构。这两组镜像即色谱图上观察到的两个噻嗪灵峰

结论

液相色谱已成为一种农业杀菌剂配方中活性组分常规分析的杰出工具。不需要繁多的样品制备或纯化方法来分离活性组分和其余样品基质，使用常规的反相条件和紫外/可见光检测器就可以轻易分离和检测活性组分。

参考文献

1. McCurry, J.D., and Zavitsanos, P., "Analysis of Components, Contaminants, and Impurities in Fungicide Chemical Formulations by GC/MS and LC/MS," Agilent Technologies Application Note, Publication 5988-6085EN, April 2002.

了解更多信息

如需进一步了解我们的产品和服务的信息，请访问我们的网站www.agilent.com/chem/cn。

安捷伦公司对本材料中可能有的错误或有关装备、性能或使用这一材料而带来的意外伤害和问题不负任何责任。

本材料中的信息、说明和指标，如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技公司，2002

中国印刷
2002年5月14日
5988-6686CHCN