

◆ 农药分析 ◆

# 20%丁氟螨酯悬浮剂的高效液相色谱法测定

陈建波,张颂函,吴爱娟

(上海市农业技术推广服务中心,上海 201103)

摘要:建立了高效液相色谱法测定20%丁氟螨酯悬浮剂中有效成分质量分数,流动相为乙腈+水,波长为220 nm。结果表明:在20~500 mg/L范围内,丁氟螨酯线性关系良好,线性相关系数为0.999 9。方法的相对标准偏差为0.82%,平均添加回收率为99.8%。

关键词:高效液相色谱;丁氟螨酯;悬浮剂;分析

中图分类号:TQ 450.7 文献标志码:A doi:10.3969/j.issn.1671-5284.2017.03.006

## Determination of Cyflumetofen 20% SC by HPLC

CHEN Jian-bo, ZHANG Song-han, WU Ai-juan

(Shanghai Agriculture Technology Extension & Service Centre, Shanghai 201103, China)

**Abstract:** A method of high performance liquid chromatography was developed to determine cyflumetofen 20% SC, using acetonitrile aqueous solution as mobile phase, on C<sub>18</sub> column, with DAD detector at 220 nm. The results indicated that the method had good linearity in the range of 20-500 mg/L, with the correlation coefficient ( $R^2$ ) of 0.999 9. The relative standard deviation of the method was 0.82%, and the average recovery was 99.8%.

**Key words:** HPLC; cyflumetofen; SC; analysis

丁氟螨酯(cyflumetofen)是由日本大冢化学公司开发的新型酰基乙腈类杀螨剂,2007年首次在日本获准登记并销售<sup>[1]</sup>。其无内吸性,主要通过触杀起效,被处理的成虫在24 h内瘫痪。其也有一定的杀卵活性,不能与碱性农药混合使用。丁氟螨酯主要用于防治果树、蔬菜、浆果、茶树和观赏植物上的全爪螨、四爪螨等<sup>[2]</sup>。

目前,国内已有关于丁氟螨酯原药的高效液相色谱分析方法,20%丁氟螨酯悬浮剂的分析方法尚无文献报道<sup>[3]</sup>。本文采用反相高效液相色谱、二极管阵列检测器,对丁氟螨酯进行了定量分析。此方法适用于丁氟螨酯制剂的分析,具有简便、快速、准确、重复性好的特点。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器与试剂

Agilent 1260高效液相色谱仪(配DAD检测器),

美国Agilent公司;Kromasil C<sub>18</sub>色谱柱(200 mm × 4.6 mm,粒径5 μm),瑞士Kromasil公司;万分之一分析天平,Mettler Toledo公司;Millipore超纯水机,美国密理博公司;超声波,昆山市超声波仪器有限公司。

丁氟螨酯标准品(99%),德国Dr. Ehrenstorfer GmbH公司;甲醇、乙腈均为色谱纯试剂;实验用水为超纯水,20%丁氟螨酯悬浮剂为市售产品。

### 1.2 液相色谱操作条件

流动相:V(乙腈):V(水)=75:25;流速:1.0 mL/min;柱温:35℃;进样量:20 μL;检测波长:220 nm。在此条件下,丁氟螨酯保留时间约6.5 min。丁氟螨酯标准品和样品色谱图见图1和图2。

### 1.3 操作步骤

#### 1.3.1 标样溶液的配制

称取丁氟螨酯标准品约0.05 g(精确至0.000 2 g),置于100 mL容量瓶中,加入甲醇超声溶解,冷却

收稿日期:2016-11-25

基金项目:上海市农口系统青年成长计划(沪农青字2016第4-2号)

作者简介:陈建波(1982—),男,重庆市人,中级农艺师,主要从事农药分析工作。E-mail: cjb0123@126.com

至室温,然后用甲醇定容。用移液管移取10 mL标样母液至100 mL容量瓶中,甲醇定容至刻度,过滤,滤液备用。



图1 丁氟螨酯标准品液相色谱图



图2 20%丁氟螨酯悬浮剂液相色谱图

### 1.3.2 试样溶液的配制

称取20%丁氟螨酯悬浮剂约0.25 g(精确至0.000 2 g),置于100 mL容量瓶中,加入80 mL甲醇,超声溶解10 min,冷却至室温,然后用甲醇定容。用移液管移取上述10 mL试样溶液至100 mL容量瓶中,用甲醇定容,过滤,滤液备用。

### 1.3.3 测定方法

在上述色谱操作条件下,待仪器基线稳定后,连续注入数针标样溶液,直到相邻2针中丁氟螨酯的响应值相对变化<1.5%,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。

### 1.3.4 计算方法

将测得的2针试样溶液以及试样前后2针标样溶液中丁氟螨酯峰面积分别进行平均。试样溶液中丁氟螨酯的质量分数 $w(\%)$ 按下式进行计算。

$$w/\% = \frac{A_2 \times m_1 \times P}{A_1 \times m_2}$$

式中: $A_1$ —标样溶液中,丁氟螨酯峰面积的平均值; $A_2$ —试样溶液中,丁氟螨酯峰面积的平均值; $m_1$ —丁氟螨酯标准品的质量,g; $m_2$ —试样的质量,g; $P$ —丁氟螨酯标准品的质量分数,%。

## 2 结果与讨论

### 2.1 流动相的选择

对于农药分析,首选流动相为甲醇-水或乙腈-

水体系,分别试验了2种溶剂体系做流动相对丁氟螨酯分离的影响。实验发现,当以甲醇和水为流动相时,甲醇对丁氟螨酯的洗脱能力较弱,在色谱柱上的保留时间较长。而当以乙腈和水体系为流动相时,乙腈对丁氟螨酯的洗脱能力较强,丁氟螨酯能够得到很好的分离,色谱峰峰形尖锐;并且以乙腈-水做流动相的系统压力也低于以甲醇-水做流动相,这有助于保护色谱柱和仪器系统。经过进一步的实验发现,当 $V(\text{乙腈}):V(\text{水})=75:25$ 时,丁氟螨酯能够得到很好的分离,且色谱峰峰形较好。

### 2.2 紫外吸收波长的选择

对丁氟螨酯进行紫外吸收光谱扫描,得到紫外吸收光谱图,见图3。从图中可以看出,丁氟螨酯没有特征吸收波长。为了使丁氟螨酯有一定的吸收强度,本实验选择的检测波长为220 nm。

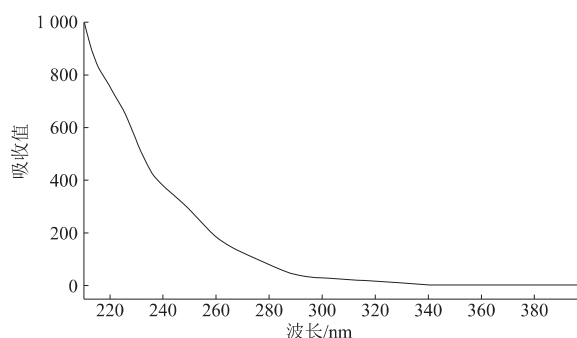


图3 丁氟螨酯的紫外吸收光谱图

### 2.3 分析方法的线性相关性及其线性范围

配制丁氟螨酯系列标样溶液,质量浓度分别为20, 40, 100, 200, 500 mg/L,然后按照前述的色谱方法进样。以丁氟螨酯的质量浓度为横坐标,峰面积为纵坐标,绘制标准曲线。在20~500 mg/L范围内,丁氟螨酯的线性方程为 $y=23.01x-69.34$ ,线性相关系数 $R^2=0.9999$ ,丁氟螨酯的线性关系图见图4。从实验数据和线性关系图可以看出,丁氟螨酯在高效液相色谱上具有较好的线性范围和线性关系。

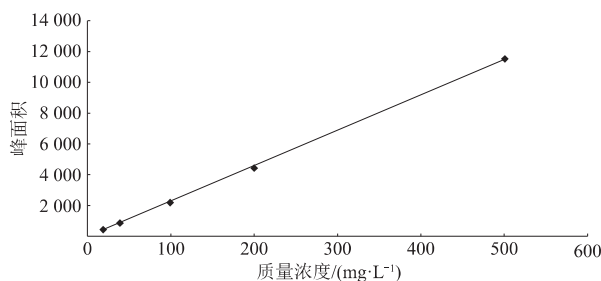


图4 丁氟螨酯的线性关系图

## 2.4 分析方法的精密度实验

对同一20%丁氟螨酯悬浮剂样品中的丁氟螨酯平行测定5次,结果见表1。由表1可以看出,丁氟螨酯的平均质量分数为19.88%,RSD为0.82%。结果表明,该方法具有较高的精密度。

表1 方法的精密度试验结果

有效成分	质量分数/%					标准 偏差	RSD/ %
	1	2	3	4	5		
丁氟螨酯	19.93	19.79	20.13	19.82	19.71	19.88	0.16 0.82

## 2.5 分析方法的准确度实验

在已知丁氟螨酯质量分数的样品中,准确加入不同质量的丁氟螨酯标准品,进行5次测定,计算添加回收率,结果见表2。由表2可以看出,丁氟螨酯的平均添加回收率为99.8%,表明该测定方法具有较高的准确度。

## 3 结论

本文建立了高效液相色谱法测定20%丁氟螨酯

悬浮剂的质量分数。该方法快速简便,具有较高的准确度和精密度,适用于20%丁氟螨酯悬浮剂样品的含量分析,可以应用于农药样品的质量控制和市场检查。

表2 方法的添加回收率实验结果

有效成分	理论值/g	实测值/g	回收率/%	平均回收率/%
丁氟螨酯	0.046 4	0.046 0	99.1	99.8
	0.044 8	0.044 7	99.8	
	0.045 9	0.046 0	100.2	
	0.047 9	0.047 7	99.6	
	0.047 1	0.047 3	100.4	

## 参考文献

- [1] Tomlin C D S. The e-Pesticides Manual [DB/CD]. 16th ed. Brighton: British Crop Production Council, 2012: 906.
- [2] 万琴. 新型杀螨剂丁氟螨酯的合成研究 [J]. 现代农药, 2009, 8 (4): 23-24.
- [3] 吴春先, 王广成, 高立明, 等. 丁氟螨酯原药高效液相色谱分析方法的研究 [J]. 农药科学与管理, 2015, 36 (增刊1): 85-88.

(责任编辑: 柏亚罗)

(上接第23页)

行,检测成本低,具有较高的准确度和精密度,线性范围满足测定需要,可以用于产品中7种高毒有机磷农药的快速检测。

## 参考文献

- [1] 贺红武. 有机磷农药产业的现状与发展趋势 [J]. 世界农药, 2008, 30 (6): 29-33.
- [2] 卜元卿, 孔源, 魏勇, 等. 化学农药对环境的污染及其防控对策建议 [J]. 中国农业科技导报, 2014, 16 (2): 19-25.
- [3] 张颖, 袁爱华. 农药环境污染及低毒农药研究进展 [J]. 安徽农业科学, 2010, 38 (29): 16284-16285.
- [4] 刘洋, 孔祥清, 马坤明, 等. 食品安全中的农药残留问题 [J]. 黑龙江八一农垦大学学报, 2005, 17 (1): 65-68.
- [5] 孙清廉. 关注农药残留 保证入口安全 [J]. 科学养生, 2010 (12): 29.
- [6] 刘玲, 纪淑娟. 农药残留对食品及人健康的影响 [J]. 新农业, 2011 (10): 40-41.
- [7] 胡向支, 黄阳成, 翁春英, 等. 气相色谱-质谱联用法同时测定蔬菜水果中有机磷农药多残留的应用研究 [J]. 蔬菜, 2015 (6): 7-10.
- [8] 王磊. 气相色谱法检测蔬菜中6种有机磷农药残留的有效性研究 [J]. 农技服务, 2015, 32 (10): 107.
- [9] 周吴萍, 岑菲菲, 甄汉深. 气相色谱-质谱联用法测定不同产地苦玄参中有机磷农药残留 [J]. 时珍国医国药, 2008, 19 (4): 786-787.
- [10] 倪永付, 闫秋成, 王勇, 等. SBSE-LC-MS/MS法检测胡萝卜汁中有机磷农药残留 [J]. 粮油食品科技, 2015, 23 (4): 80-82.
- [11] 洪华, 武中平, 王莉, 等. 固相萃取-GC-MS快速测定杀虫剂产品中17种违禁添加的有机磷类成分 [J]. 江苏农业科学, 2014, 42 (3): 244-247.
- [12] 贺红周, 范小伟, 赵敬坤, 等. 农药样品中添加甲拌磷、特丁硫磷、对硫磷的气相色谱分析 [J]. 南方农业, 2011 (9): 53-55.

(责任编辑: 顾林玲)

## 毒死蜱通过澳大利亚农药再评价

有研究认为一定剂量的毒死蜱即可抑制乙酰胆碱酯酶(AChE)活性,澳大利亚农药和兽药管理局(APVMA)对该杀虫剂与发育神经毒性之间的关系进行了毒理学再评价。近日,APVMA得出毒死蜱风险再评价结论:没有证据证明有机磷类杀虫剂毒死蜱具有影响神经发育的作用。动物研究结果一致表明,对毒死蜱的敏感性差异与年龄无关。基于此,由毒死蜱引起的胆碱酯酶抑制作用最为敏感。因此,最重要的是建立毒死蜱的健康指导值,以保护全部人群。根据最新研究评估结果,现有毒死蜱每日允许摄入量(ADI)0.003 mg/(kg bw·d)和急性参考剂量(ARfD)0.1 mg/(kg bw)仍然恰当。

(顾林玲译自《AGROW》)