◆ 农药分析 ◆

43.5%吡虫·氟虫腈悬浮种衣剂的高效液相色谱分析

胡存中,聂正华

(江苏省苏科农化有限责任公司,南京 211511)

摘要:建立一种高效液相色谱法,对43.5%吡虫·氟虫腈悬浮种衣剂中有效成分进行分离和定量分析。方法使用HYPERSIL BDS-C_{18}色谱柱和紫外可变波长检测器,以甲醇+水为流动相,在268 nm波长下采用外标法定量。氟虫腈的标准偏差为0.045 3,变异系数为0.32%,回收率为98.3%~100.3%;吡虫啉的标准偏差为0.107 9,变异系数为0.37%,回收率为99.6%~100.2%。

关键词:高效液相色谱;氟虫腈;吡虫啉;悬浮种衣剂;分析

中图分类号:TQ 450.7 文献标志码:A doi:10.3969/j.issn.1671-5284.2017.02.009

Analysis of Imidacloprid+Fipronil 43.5% FS by HPLC

HU Cun-zhong, NIE Zheng-hua

(Suke Agro-chemical of Jiangsu Province Co., Ltd., Nanjing 211511, China)

Abstract: A HPLC method for the determination of active ingredients in imidacloprid + fipronil 43.5% FS was established. The simulataneous determination of fipronil and imidacloprid in the samples was conducted with HYPERSIL BDS-C_{18} column and UV-absorbance detector, while the mobile phase was a mixture of methanol and water, and the determine wavelength was 268 nm. The results showed that the standard deviation of fipronil was 0.045 3, the coefficient of variation was 0.32%, and the recoveries were 98.3%-100.3%. The standard deviation of imidacloprid was 0.107 9, the coefficient of variation was 0.37%, and the recoveries were 99.6%-100.2%.

Key words: HPLC; fipronil; imidacloprid; FS; analysis

氟虫腈和吡虫啉二元复配悬浮种衣剂用于防治花生田地下害虫蛴螬。氟虫腈、吡虫啉常采用液相色谱法分析[1-4]。氟虫腈和吡虫啉同柱分析仅有气相色谱分析方法报道[5]。关于氟虫腈和吡虫啉两者复配悬浮种衣剂的液相色谱分析方法未见报道。本文建立了高效液相色谱定量分析方法,对43.5%吡虫·氟虫腈悬浮种衣剂中有效成分在同一色谱条件下实现了分离。方法具有快捷,准确度好和精确度高的特点。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

HP1100液相色谱仪;可变波长紫外检测器;HP1100色谱工作站;自动进样器;色谱柱:HYPERSIL BDS-C_{18}(250 mm×4.6 mm,5 μm)不锈钢柱;超声波清洗器。

甲醇(色谱纯);水(2次重蒸水);氟虫腈标准品(≥99.0%)、吡虫啉标准品(≥99.0%),上海市农药研究所;43.5%吡虫·氟虫腈悬浮种衣剂(其中氟虫腈14.5%、吡虫啉29%),由江苏省苏科农化有限责任公司实验室提供。

1.2 色谱操作条件

流动相:甲醇+水(体积比60∶40);柱温:室温;流量:1.0 mL/min;检测波长:268 nm;进样体积:20 μL。保留时间:吡虫啉约3.08 min,氟虫腈约6.22 min。

收稿日期:2016-08-22;修回日期:2016-11-14

作者简介:胡存中(1972—),男,江苏省建湖县人,副研究员,主要从事分析工作。E-mail:hucunz@163.com

?1994-2017 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

1.3　溶液的配制

1.3.1　标样溶液的配制

准确称取氟虫腈标准品0.03 g（精确至0.000 2 g）、吡虫啉标准品0.06 g（精确至0.000 2 g），置于50 mL容量瓶中，用乙腈在超声下溶解并定容至刻度，摇匀，用微孔过滤膜（0.45 μm）过滤待用。

1.3.2　试样溶液的配制

准确称取43.5%吡虫·氟虫腈悬浮种衣剂0.2 g（精确至0.000 2 g），置于50 mL容量瓶中，用乙腈在超声下溶解并定容至刻度，摇匀，过滤待测。

1.4　测定

在上述操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，至相邻2针的相对响应值变化＜1.5%后，按标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进样测定。

1.5　计算

分别将2针标样溶液和试样溶液中各有效成分峰面积进行平均，试样中氟虫腈（或吡虫啉）的质量分数w（%）按下式计算。

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

式中：A_1—标样溶液中氟虫腈（或吡虫啉）峰面积的平均值；A_2—试样溶液中氟虫腈（或吡虫啉）峰面积的平均值；m_1—氟虫腈（或吡虫啉）标准品的质量，g；m_2—试样的质量，g；P—标准品中氟虫腈（或吡虫啉）质量分数，%。

2　结果与讨论

2.1　色谱条件的选择

根据氟虫腈和吡虫啉2种组分的性质，选用乙腈作溶剂。为确保2种组分能有效分离，分别对不同体积比的甲醇＋水和乙腈＋水流动相进行配比实验。实验结果证明，以甲醇＋水（体积比60∶40）做为流动相时，两组分能有效分离，且基线平稳，峰形对称。吡虫啉、氟虫腈标样色谱图见图1。

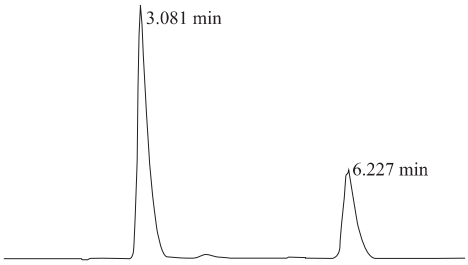

图 1　氟虫腈和吡虫啉标样溶液液相色谱图

对吡虫啉、氟虫腈标样溶液在210～400 nm波长下进行光谱扫描。吡虫啉在268 nm附近吸收最大。氟虫腈虽然在210 nm附近吸收较大，但峰型下降较快，同时溶剂及杂质峰对其也有不同程度的干扰。其在265 nm处也有较大吸收，且峰型较平稳。综合考虑，选择吸收波长为268 nm。氟虫腈和吡虫啉的紫外光谱图见图2。

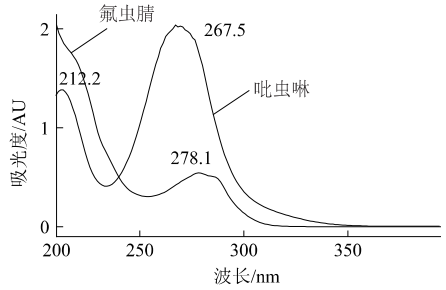

图 2　紫外光谱图

2.2　分析方法的线性关系曲线

称取氟虫腈标样0.3 g、吡虫啉标样0.6 g（均精确至0.000 2 g）于50 mL容量瓶中，用乙腈溶解并稀释至刻度作为母液。用移液管分别移取1, 2, 4, 6, 8, 10 mL于6个50 mL容量瓶中，用乙腈稀释至刻度，共配制6种不同质量浓度的标样溶液。待仪器稳定后，分别进同样体积的标样，以质量浓度为横坐标，以峰面积为纵坐标作图，得标准曲线。方法线性关系良好。氟虫腈线性方程为y=1.577 4 x-11.167，相关系数为0.999 6（见图3）；吡虫啉线性方程为y=1.580 8 x-27.496，相关系数为0.999 7（见图4）。

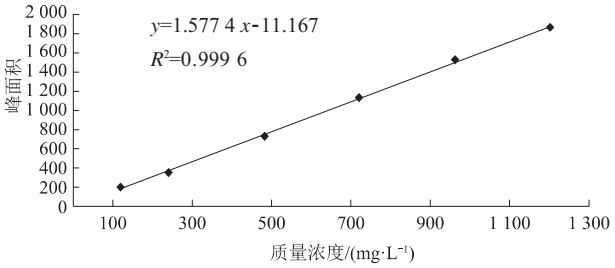

图 3　氟虫腈线性关系图

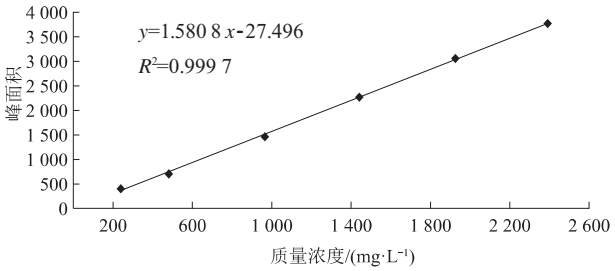

图 4　吡虫啉线性关系图

（下转第 51 页）

?1994-2017 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net

表 3　不同药剂对小麦白粉病的防效

药剂	剂量/[(mL,g)·hm^{-2}]	病叶率/%	病叶率防效/%	病指	病指防效/%
0.3%四霉素AS	1 500	54.00	46.00	32.63	58.19
20%三唑酮EC	900	48.33	51.67	19.42	75.12
30%醚菌酯SC	450	25.33	74.67	8.50	89.11
12.5%腈菌唑EC	900	79.67	20.33	48.29	38.12
40%腈菌唑WP	180	84.00	16.00	52.29	32.99
250 g/L嘧菌酯SC	600	95.00	5.00	56.33	27.81
125 g/L氟环唑SC	450	49.00	51.00	18.83	75.87
42%戊唑·咪鲜胺WP	750	96.33	3.67	57.17	26.75
430 g/L戊唑醇SC	450	90.67	9.33	54.63	30.00
空白对照		100.00		78.04	

3　结论与讨论

醚菌酯为广谱型杀菌剂，具有良好的保护与治疗作用，且持效期长。试验结果显示，30%醚菌酯SC 450 mL/hm^{2}在1次用药情况下，对小麦白粉病的防效最高达95.09%，表现出良好的防治小麦白粉病效果，且用药时间越早，防效越高。30%醚菌酯SC、20%三唑酮EC、40%腈菌唑WP 2次用药处理比1次用药处理防效有所提高，其中病指防效提高更为明显。

相对于常规药剂三唑酮，新药剂氟环唑、腈菌唑、四霉素等，醚菌酯对小麦白粉病的防效最为理想，不管是病叶率防效还是病指防效。氟环唑与三唑酮对小麦白粉病的防效次之。

醚菌酯完全可以做为防治小麦白粉病的主推药剂，在生产中进行大面积推广应用。其防治适期为白粉病发病初期。在小麦白粉病大发生年份，需结合小麦“一喷三防”用药2次以确保防效。此外，为延缓抗性的发生和发展，其可与三唑酮、氟环唑等药剂轮换使用。

参考文献

[1] 郭冬林, 彭一良, 汪慧, 等. 我国小麦抗白粉病研究进展 [J]. 安徽农业科学, 2013, 41 (25): 10309-10312.

[2] 刁春友, 朱叶芹. 农作物主要病虫害预测预报与防治 [M]. 南京: 江苏科学技术出版社, 2006: 9-13.

[3] 王志顺, 陈桥生, 张道荣, 等. 小麦白粉病的发生原因及综合防治 [J]. 现代农业科技, 2009 (19): 178-180.

（责任编辑：柏亚罗）

（上接第 31 页）

2.3　分析方法的精密度

在仪器要求操作条件下，对同一样品重复测定5次。氟虫腈标准偏差为0.045 3，吡虫啉标准偏差为0.107 9。氟虫腈与吡虫啉变异系数分别为0.32%和0.37%。结果见表1。

表 1　分析方法的精密度实验

有效成分	质量分数/%						标准偏差	变异系数/%
	1	2	3	4	5	平均值		
氟虫腈	14.58	14.57	14.61	14.52	14.50	14.56	0.045 3	0.32
吡虫啉	29.11	29.06	29.31	29.22	29.07	29.15	0.107 9	0.37

2.4　分析方法的准确度

准确称取5个43.5%吡虫·氟虫腈悬浮种衣剂试样于50 mL容量瓶中，分别加入氟虫腈、吡虫啉标准品，用乙腈定容至刻度，摇匀，测定本方法的加标回收率。氟虫腈回收率为98.3%～100.3%，吡虫啉回收率为99.6%～100.2%。结果见表2。

表 2　分析方法的准确度实验

有效成分	序号	理论值/mg	实测值/mg	回收率/%
氟虫腈	1	24.15	24.06	99.6
	2	29.03	28.96	99.7
	3	32.91	33.01	100.3
	4	35.73	35.14	98.3
	5	38.90	38.77	99.7
吡虫啉	1	52.95	52.74	99.6
	2	58.90	58.81	99.8
	3	65.81	65.94	100.2
	4	70.92	70.64	99.6
	5	77.95	77.83	99.8

3　结论

本实验的各项分析结果指标表明，本分析方法简单、可靠、快速，既能做为氟虫腈、吡虫啉复配制剂的分析测定方法，同时又能做为其单剂的分析测定方法，满足工厂生产质量的分析控制要求。

参考文献

[1] 武中平, 高巍, 颜春荣, 等. 氟虫腈高效液相色谱分析方法的研究 [J]. 现代农药, 2006, 5 (2): 21-23.

[2] 王玉玲, 史常春, 李自华, 等. 氟虫腈高效液相色谱分析方法优化 [J]. 农药, 2014, 53 (8): 577-578.

[3] 刁传芸, 孙立荣, 常有宏, 等. 梨中吡虫啉的高效液相色谱分析 [J]. 江苏农业学报, 2007, 23 (6): 638-641.

[4] 王丹丹, 丁明祥. 吡虫啉母药的高效液相色谱分析 [J]. 农药, 2010, 49 (8): 576-577.

[5] 许行义, 潘荷芳, 刘劲松, 等. 气相色谱法测定水中吡虫啉和氟虫腈 [J]. 环境监测管理与技术, 2011, 23 (4): 43-45.

（责任编辑：顾林玲）

?1994-2017 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net