

◆ 农药分析 ◆

28%虫螨·虫酰肼悬浮剂的高效液相色谱分析

赵成林,王佛娇,程小会,江林,陈丽金

(广州市农业科学研究院,广州 511462)

摘要:采用Agilent C₁₈柱和紫外检测器,以甲醇+水为流动相,测定试样中虫螨腈和虫酰肼有效成分质量分数。结果表明,虫螨腈和虫酰肼的线性相关系数分别为0.999 5和0.999 2,标准偏差分别为0.023、0.020,变异系数分别为0.29%、0.10%,平均回收率分别为99.4%和99.2%。该方法准确度和精密度较高,适用于虫螨腈和虫酰肼的分析检测。

关键词:虫螨腈;虫酰肼;高效液相色谱法;分析

中图分类号:TQ 450.7 文献标志码:A doi:10.3969/j.issn.1671-5284.2019.05.008

Analysis of Chlorfenapyr + Tebufenozide 28% SC by HPLC

Zhao Cheng-lin, Wang Fo-jiao, Cheng Xiao-hui, Jiang Lin, Chen Li-jin

(Guangzhou Academy of Agricultural Sciences, Guangzhou 511462, China)

Abstract: The samples was analyzed with Agilent C₁₈ column and UV detector and with the mixture of methanol and water as mobile phase. The results showed that the linear correlation coefficients for chlorfenapyr and tebufenozide were 0.999 5 and 0.999 2, the standard deviations were 0.023 and 0.020, the variation coefficients were 0.29% and 0.10%, the averagere coveryrates were 99.4% and 99.2%. The method was asuitable analysis method with high precision and accuracy for the analysis of chlorfenapyr and tebufenozide.

Key words: chlorfenapyr; tebufenozide; HPLC; analysis

虫螨腈(chlorfenapyr)为取代芳基吡咯类杀虫、杀螨剂,具有胃毒、触杀作用与内吸活性,用于蔬菜、水果等作物^[1-2]。虫酰肼(tebufenozide),为蜕皮激素类杀虫剂,主要用于防治蔬菜及果树上的鳞翅目幼虫^[3-4]。目前虫螨腈^[5]、虫酰肼^[6]单剂分析方法已有研究,但两者复配制剂的液相色谱分析方法未见报道。本文建立利用液相色谱法同时检测28%虫螨·虫酰肼悬浮剂中的虫螨腈、虫酰肼的分析方法,具有较高的准确度和精密度,是较为实用的分析方法。

1 实验部分

1.1 试剂

虫螨腈标准品(99%)、虫酰肼标准品(99.3%),沈阳化工研究院有限公司;超纯水;甲醇(色谱纯);28%虫螨·虫酰肼悬浮剂,京博农化科技有限公司。

1.2 仪器

高效液相色谱仪:Agilent 1260 C₁₈色谱柱(150 mm×4.6 mm, 5 μm),具可变波长紫外检测器和自动进样器,超声波清洗机。

1.3 液相色谱条件

流动相:甲醇+水(体积比8:2);流速:1.0 mL/min;柱温:30℃;检测波长:260 nm;进样体积:20 μL;保留时间:虫酰肼约为3.00 min,虫螨腈约为4.72 min。虫螨腈和虫酰肼标样及样品的典型液相色谱图见图1、图2。

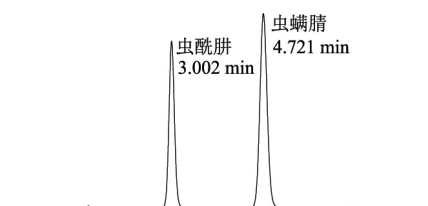


图1 标样高效液相色谱图

收稿日期:2019-04-03

作者简介:赵成林(1987—),男,河南省济源市人,硕士,农艺师,主要从事农产品农药残留及质量分析工作。E-mail: zhaocl711@163.com

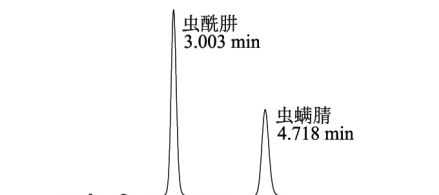


图 2 28%虫螨·虫酰肼悬浮剂高效液相色谱图

1.4 测定步骤

1.4.1 标准溶液的配制

准确称取虫螨腈和虫酰肼标样各 0.05 g(精确至 0.000 2 g),置于 50 mL 容量瓶中,加入 20 mL 甲醇溶解,超声溶解后,定容至刻度,摇匀备用,制得虫螨腈和虫酰肼标样溶液。

1.4.2 样品溶液的配制

准确称取虫螨腈和虫酰肼试样各 0.05 g(精确至 0.000 2 g),分别置于 50 mL 容量瓶中,加入 20 mL 甲醇溶解,超声溶解后,用甲醇定容至刻度,摇匀备用。

1.4.3 测定

按上述色谱条件,连续注入数针标样溶液,待相邻 2 针的相对响应值变化小于 1.5% 时,按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进样测定。

1.4.4 计算

将测得的 2 针试样溶液及其前后 2 针标样溶液中虫螨腈(或虫酰肼)峰面积分别进行平均。试样中虫螨腈(或虫酰肼)的质量分数 w (%) 按下式计算。

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

式中: A_1 为标样溶液中虫螨腈(或虫酰肼)峰面积的平均值, $\text{mAU}\cdot\text{s}$; A_2 为试样溶液中虫螨腈(或虫酰肼)峰面积的平均值, $\text{mAU}\cdot\text{s}$; m_1 为虫螨腈(或虫酰肼)标样的质量, g ; m_2 为试样的质量, g ; P 为标样中虫螨腈(或虫酰肼)的质量分数, %。

2 结果与分析

2.1 色谱条件的选择

选择甲醇、水按照不同比例进行试验,当甲醇

和水的体积比为 8:2 时,峰形对称,分离效果理想,出峰时间适中。

2.2 分析方法的线性相关性测定

准确吸取虫螨腈和虫酰肼标样溶液各 0.05、0.25、0.50、2.50、5.00 mL,分别置于 50 mL 容量瓶中,用甲醇定容,摇匀,备用。在上述色谱条件下,测得其相应的峰面积值,以虫螨腈(或虫酰肼)的质量浓度为横坐标,虫螨腈(或虫酰肼)的峰面积为纵坐标,得线性关系曲线,见图 3、图 4。虫螨腈线性方程为 $y=12.219x-1.3571$, $R^2=0.9995$; 虫酰肼线性方程为 $y=18.84x-4.3991$, $R^2=0.9992$ 。

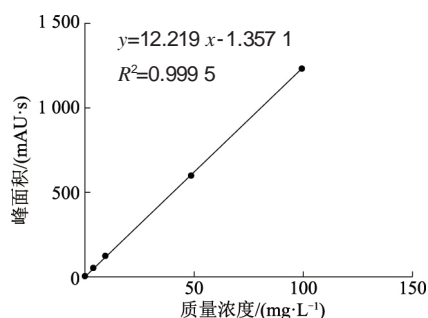


图 3 虫螨腈线性关系曲线

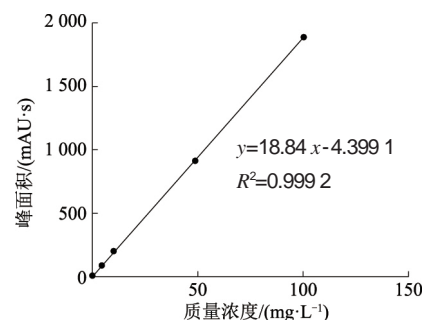


图 4 虫酰肼线性关系曲线

2.3 分析方法的精密度测定

称取同一批样品,在上述色谱操作条件下,进行 6 次平行测定,精密度的测定结果见表 1。虫螨腈和虫酰肼的标准偏差分别为 0.023、0.020,变异系数分别为 0.29%、0.10%。结果表明该方法精密度良好。

表 1 精密度测定结果

有效成分	质量分数/%						平均值	标准偏差	变异系数/%
	1	2	3	4	5	6			
虫螨腈	7.97	7.97	7.96	7.95	7.92	7.91	7.95	0.023	0.29
虫酰肼	19.86	19.82	19.83	19.85	19.86	19.82	19.84	0.020	0.10

2.4 分析方法的准确度测定

采用标样添加法,在已知含量的试样中,加入不同质量的虫螨腈和虫酰肼标准品,配制成 5 个已知

试样,在相同的色谱操作条件下,测得虫螨腈和虫酰肼的平均回收率分别为 99.4% 和 99.2%,结果见表 2。

(下转第 29 页)

件下进行测定,测得平均回收率为100.20%,见表2。

表1 分析方法的精密度测定结果

有效成分	序号	质量分数/%	平均值/%	标准偏差	变异系数/%
双唑草腈	1	97.65	97.52	0.33	0.34
	2	97.52			
	3	97.14			
	4	97.85			
	5	97.92			
	6	97.21			

表2 分析方法的准确度测定结果

序号	样品量/g	添加量/g	实测量/g	回收率/%	平均回收率/%
1	0.030 51	0.029 61	0.029 58	99.90	100.20
2	0.031 26	0.030 41	0.030 59	100.59	
3	0.030 84	0.031 56	0.031 72	100.51	
4	0.029 59	0.031 18	0.031 38	100.64	
5	0.030 76	0.028 99	0.028 76	99.21	

3 结论

本文以三氯甲烷为溶剂,癸二酸二辛酯为内标

物,使用毛细管色谱柱和氢火焰离子化检测器气相色谱法测定双唑草腈的质量分数。本定量检测方法的线性关系、精密度良好,准确度高,操作简便快速,是一种较为实用的分析方法,可以满足日常产品检验的需要。

参考文献

- [1] 张月,李卫,贾浩然,等. 2%双唑草腈颗粒剂液相色谱串联质谱的分析方法[J]. 杂草学报, 2018, 36(4): 57-60.
- [2] 张一宾. 水稻田用除草剂双唑草腈(pyraclonil)的研发及其应用普及[J]. 世界农药, 2014, 36(6): 1-3.
- [3] 颜克成,张立,黄成田,等. 高效液相色谱法测定双唑草腈颗粒剂中有效成分含量[J]. 农药, 2018, 57(1): 37-38.
- [4] 刘长令,柴宝山. 新农药创制与合成[M]. 北京: 化学工业出版社, 2012: 176-177.
- [5] 吴烈灼. 气相色谱检测方法[M]. 北京: 化学工业出版社, 2000: 80-86.

(责任编辑:范小燕)

(上接第26页)

表2 准确度测定结果

有效成分	序号	理论值/mg	实测值/mg	回收率/%	平均回收率/%
虫螨腈	1	51.2	50.9	99.5	99.4
	2	50.8	50.3	99.1	
	3	50.7	50.5	99.6	
	4	49.8	49.3	99.0	
	5	49.6	49.6	100.0	
虫酰肼	1	50.2	49.5	98.7	99.2
	2	50.1	49.8	99.4	
	3	50.4	50.4	100.0	
	4	49.8	49.4	99.1	
	5	49.7	49.2	98.9	

3 结论

建立了高效液相色谱法,同时测定28%虫螨·虫酰肼悬浮剂中有效成分的质量分数。该方法准确度

和精密度较好,线性关系良好,操作简单方便,可满足日常产品检验的要求。

参考文献

- [1] 王兵,李斌,张媛媛,等. QuEChERS-高效液相色谱法测定绿茶中虫螨腈残留[J]. 中国食品学报, 2017, 17(1): 240-245.
- [2] 石隆平,薄瑞,王胜翔,等. 虫螨腈原药高效液相色谱分析方法研究[J]. 农药科学与管理, 2011, 32(3): 37-39.
- [3] 刘惠敏,侯红敏,卢征,等. 虫酰肼在水稻及其环境系统中的残留分析方法[J]. 现代农药, 2011, 10(5): 48-50.
- [4] 陈夏娇. 高氯·虫酰肼乳油中虫酰肼的液相色谱分析[J]. 农药科学与管理, 2003, 24(11): 7-9.
- [5] 刘育清. 虫螨腈的高效液相色谱分析方法[J]. 农药科学与管理, 2002(4): 14-15.
- [6] 曹斌. 虫酰肼的高效液相色谱分析[J]. 农药科学与管理, 2001(1): 14.

(责任编辑:石凌波)

巴斯夫在新西兰申请登记杀菌剂 Revystar

近日,巴斯夫向新西兰环境保护局申请登记杀菌剂Revystar[150 g/L 氯氟醚菌唑·氟唑菌酰胺(100 g/L 氯氟醚菌唑+50 g/L 氟唑菌酰胺)乳油]。氯氟醚菌唑在新西兰属首次登记,氟唑菌酰胺此前已在新西兰登记,包括Systiva Adexar(+氟环唑)和Sercadis等产品。Revystar的谷物用药量为1~1.5 L/hm²,主要用于防治小麦锈病、白粉病、叶枯病、大麦叶锈病、网斑病等。

氯氟醚菌唑已在澳大利亚获准登记,商品名为Belanty,主要用于苹果树和葡萄藤。氟唑菌酰胺为吡唑酰胺类杀菌剂,具有优异的内吸传导性,兼具预防和治理作用,能抑制孢子萌发、芽孢管伸长、菌丝体生长。氯氟醚菌酰胺主要用于叶面和种子处理,防治谷物、大豆、果树和蔬菜上由壳针孢属、灰葡萄孢属、白粉菌属、尾孢菌属、柄锈菌属、丝核菌属、核腔菌属真菌等引起的病害。特别适用于大豆,防治灰霉病、锈病、白粉病以及由链格孢菌和壳针孢菌引起的病害,还可防治棉花立枯病,向日葵和甜菜黑斑病。

(王晓岚译自《AGROW》)