

◆ 开发与分析 ◆

30%虫螨腈·氯虫苯甲酰胺悬浮剂 高效液相色谱分析

白亮¹, 马超¹, 赵宜君^{1,2}, 张喆¹, 张立群¹, 赵淑元¹, 徐军^{1,2*}, 陈昶^{1,2*}

(1. 河北中保绿农作物科技有限公司, 北京 100193; 2. 中国农业科学院植物保护研究所, 北京 100193)

摘要:建立液相色谱测定30%虫螨腈·氯虫苯甲酰胺悬浮剂的分析方法。以甲醇+水(体积比80:20)为流动相,使用C₁₈色谱柱,在254 nm波长下检测。试验结果表明:虫螨腈和氯虫苯甲酰胺的相关系数分别为0.999 5和0.999 2,标准偏差分别为0.02和0.02,相对标准偏差分别为0.1%和0.2%,平均回收率分别为99.64%和99.31%。方法简便快捷,精密度和准确度高,可有效用于复配产品中虫螨腈和氯虫苯甲酰胺的定量分析检测。

关键词:虫螨腈;氯虫苯甲酰胺;高效液相色谱;分析

中图分类号:TQ 450.2 文献标志码:A doi:10.3969/j.issn.1671-5284.2024.04.008

Analysis of chlorfenapyr·chlorantraniliprole 30% SC by HPLC

BAI Liang¹, MA Chao¹, ZHAO Yijun^{1,2}, ZHANG Zhe¹, ZHANG Liquan¹, ZHAO Shuyuan¹, XU Jun^{1,2*}, CHEN Chang^{1,2*}

(1. Hebei Zhongbao Green Agricultural Crop Technology Co., Ltd., Beijing 100193, China; 2. Institute of Plant Protection, Chinese Academy of Agricultural Science, Beijing 100193, China)

Abstract: An analytical method of chlorfenapyr·chlorantraniliprole 30% SC was established by HPLC. Chlorfenapyr and chlorantraniliprole were determined on stainless steel column C₁₈, using methanol + water (volume ratio of 80 : 20) as the mobile phase, at the wavelength of 254 nm. The results showed that the linear correlation coefficients of chlorfenapyr and chlorantraniliprole were 0.999 5 and 0.999 2, the standard deviations were 0.02 and 0.02, the relative standard deviations were 0.1% and 0.2%, and the average recoveries were 99.64% and 99.31%, respectively. The method was simple and rapid, with high accuracy and precision, good linear correlation. It could be used for the quantitative analysis of chlorfenapyr and chlorantraniliprole in compound products.

Key words: chlorfenapyr; chlorantraniliprole; HPLC; analysis

虫螨腈(chlorfenapyr)又名除尽,是一种芳基取代吡咯类杀虫杀螨剂,主要通过抑制昆虫体内线粒体三磷酸腺苷合成酶而起效,常用于棉花、茶树、蔬菜、柑橘、果树上害虫害螨的防治^[1]。

氯虫苯甲酰胺(chlorantraniliprole)是第1个新型邻甲酰氨基苯甲酰胺类杀虫剂,具有特殊的化学结构,与此前任何杀虫剂都不相同。其广谱高效,不仅对鳞翅目害虫活性较高,还能防治多种非鳞翅

目害虫^[2]。

目前,氯虫苯甲酰胺分析测试的相关研究较多^[3-6],虫螨腈的分析方法也有报道^[7-9],但关于虫螨腈和氯虫苯甲酰胺两者复配制剂的分析方法未见公开报道。本研究建立一种方法,同时对虫螨腈和氯虫苯甲酰胺的质量分数进行测定。该方法便捷、高效、适用性强,为虫螨腈和氯虫苯甲酰胺复配制剂的质量控制提供了可靠的依据。

收稿日期:2023-11-07

基金项目:国家重点研发计划项目(2022YFD1400303)

作者简介:白亮(1994—),男,本科,主要从事农药分析检测工作。E-mail:18311361391@163.com

通信作者:徐军(1973—),男,副研究员,主要从事农药制剂研究。E-mail:Junxu@ippcass.cn

共同通信作者:陈昶(1971—),男,研究员,主要从事农药应用研究。E-mail:xsfsz@zhongbaony.com

1 材料与方 法

1.1 试剂与仪器

虫螨腈标准品(质量分数 $\geq 99.0\%$)、氯虫苯甲酰胺标准品(质量分数 $\geq 99.0\%$),沈阳化工研究院有限公司;30%虫螨腈·氯虫苯甲酰胺悬浮剂(虫螨腈20%+氯虫苯甲酰胺10%),南京南农农药科技发展有限公司。

甲醇(色谱纯),默克(德国)股份有限公司;屈臣氏矿泉水。

Waters e2695-2489液相色谱仪,沃特世科技有限公司;Shim-pack GWS C₁₈色谱柱(4.6 mm \times 200 mm,5 μ m),岛津公司;AL-104电子天平,梅特勒-托利多仪器有限公司;UV-6100分光光度计,上海元析仪器有限公司。

1.2 色谱条件

流动相:甲醇+水(体积比80:20);流速:1.0 mL/min;柱温:25 $^{\circ}$ C;检测波长:254 nm;自动进样体积:5 μ L。

1.3 溶液配制

标样溶液配制:准确称取虫螨腈标准品0.04 g、氯虫苯甲酰胺标准品0.02 g(精确至0.000 2 g)于50 mL容量瓶中,加入10 mL甲醇溶解,待完全溶解后定容,过滤,待测。

样品溶液配制:准确称取30%虫螨腈·氯虫苯甲酰胺悬浮剂样品0.2 g(精确至0.000 2 g)于50 mL容量瓶中,加入10 mL甲醇溶解,待完全溶解后定容,过滤,待测。

1.4 测定及计算

仪器于上述所示条件下平衡一段时间,基线稳定后,连续进样,至相邻2针的峰面积变化不大于1.5%时,按照标样、试样、试样、标样溶液的顺序进行测定。

按下式进行样品中有效成分质量分数 $w(\%)$ 的计算。

$$w/\% = \frac{A_2 \times m_1 \times P_1}{A_1 \times m_2} \times 100$$

式中: m_1 为虫螨腈(或氯虫苯甲酰胺)标准品的质量,g; m_2 为所称样品的质量,g; A_1 为相邻2次标样溶液中虫螨腈(或氯虫苯甲酰胺)的峰面积平均值,mAu; A_2 为2次样品溶液中虫螨腈(或氯虫苯甲酰胺)的峰面积平均值,mAu; P_1 为标准品中虫螨腈(或氯虫苯甲酰胺)的质量分数,%。

2 结果分析与讨论

2.1 检测波长的判定

在190~300 nm波长范围内,使用分光光度计分别对虫螨腈和氯虫苯甲酰胺进行扫描并绘制图像,谱图见图1。由图像可以看出,2种成分在254 nm波长时,吸光度均较高,且无任何其他杂质干扰。因此,将254 nm作为此方法的检测波长。

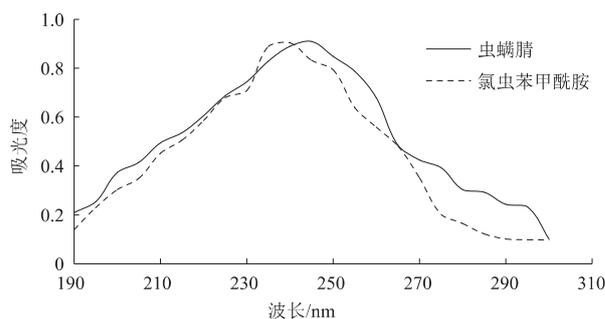


图1 虫螨腈和氯虫苯甲酰胺紫外吸收光谱图

2.2 流动相的选择

通过对样品性质的分析,采用甲醇和水为流动相。经过多次试验研究发现,甲醇与水的体积比接近80:20时,二者的峰型最佳且无其他杂质峰出现,见图2、图3。因此,以此比例作为检测的最适比例。

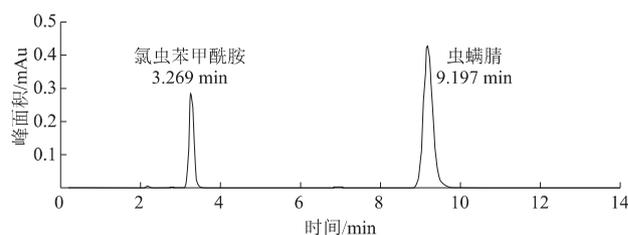


图2 标样溶液液相色谱图

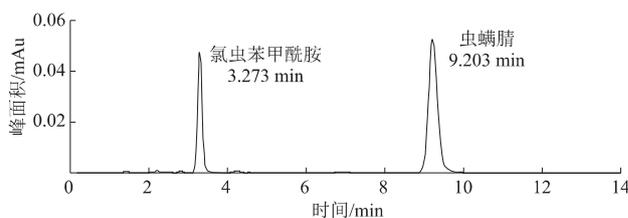


图3 试样溶液液相色谱图

2.3 分析方法的线性关系

以稀释倍数为横坐标,峰面积为纵坐标,制作标准曲线,见图4和图5。虫螨腈质量浓度为0.08~0.8 g/L,回归方程为 $y=799\ 919x+82\ 482$,相关系数为0.999 5;氯虫苯甲酰胺质量浓度为0.04~0.4 g/L,回归方程为 $y=411\ 416x-48\ 094$,相关系数为0.999 2,均符合标准要求。虫螨腈和氯虫苯甲酰胺在相应

的质量浓度范围内线性关系良好。

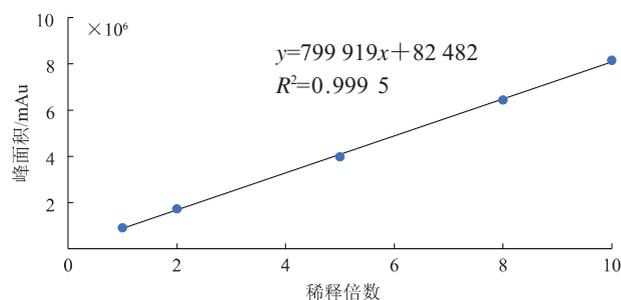


图 4 虫螨脲线性关系图

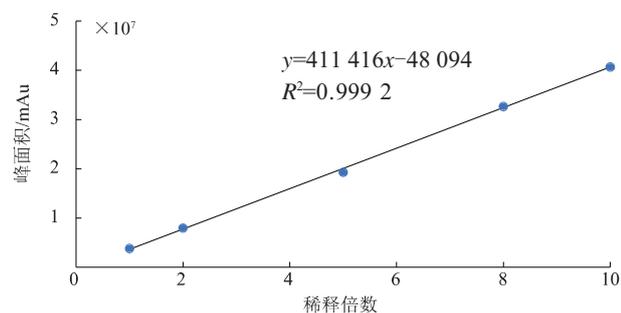


图 5 氯虫苯甲酰胺线性关系图

2.4 方法精密度判定

在上述色谱条件下,称取5份样品进行独立测试,要求有效成分相对标准偏差应小于 $2^{(1-0.5\log X)} \times 0.67$,其中X为样品中有效成分含量,以小数计^[10]。由检测结果可见,试样中虫螨脲和氯虫苯甲酰胺质量分数的相对标准偏差分别为0.1% ($\leq 0.853 7\%$) 和0.2% ($\leq 0.947 5\%$),均小于理论值,符合标准要求,见表1。该分析方法精密度良好。

表 1 精密度测定结果 (n=5)

有效成分	质量分数/ %	平均值/ %	标准 偏差	相对标准 偏差/%
虫螨脲	20.03	20.03	0.02	0.1
	20.02			
	20.05			
	20.01			
	20.06			
氯虫苯甲酰胺	10.05	10.04	0.02	0.2
	10.03			
	10.06			
	10.04			
	10.01			

2.5 方法准确度判定

为了判定方法的准确度,进行了产品的回收率试验。在已确定含量的样品中分别加入虫螨脲和氯虫苯甲酰胺的标准品,进行测试,计算回收率。结果

显示,虫螨脲和氯虫苯甲酰胺的平均加标回收率分别为99.64%和99.31%,均高于98%,满足检测要求,见表2。该分析方法准确度良好。

表 2 准确度测定结果 (n=5)

有效成分	加入量/g	测定值/g	回收率/%	平均值/%
虫螨脲	0.040 2	0.040 1	99.75	99.64
	0.040 5	0.040 3	99.51	
	0.040 3	0.040 1	99.50	
	0.040 1	0.039 8	99.25	
	0.040 2	0.040 3	100.20	
氯虫苯甲酰胺	0.020 3	0.020 4	100.50	99.31
	0.020 1	0.019 8	98.51	
	0.020 2	0.020 1	99.50	
	0.020 4	0.020 2	99.02	
	0.020 1	0.019 9	99.00	

3 结论

本研究建立的高效液相色谱法可同时检测虫螨脲和氯虫苯甲酰胺复配制剂中的有效成分。试验结果表明:该方法具有操作灵活,有效成分分离效果好,准确度和精密度高等优点,适用于虫螨脲和氯虫苯甲酰胺复配制剂的定量分析测定。

参考文献

- [1] 赵成林,王佛娇,程小会,等. 28%虫螨·虫酰肼悬浮剂的高效液相色谱分析[J]. 现代农药, 2019, 18(5): 25-26.
- [2] 徐尚成,俞幼芬,王晓军,等. 新杀虫剂氯虫苯甲酰胺及其研究开发进展[J]. 现代农药, 2008, 7(5): 8-11.
- [3] 马涛,刘哲,迟归兵. 15%氯虫苯·虱螨脲悬浮剂高效液相色谱法分析[J]. 农药科学与管理, 2023, 44(2): 34-39.
- [4] 刘秦燕,李伟,阳仲斌,等. 一种20%氯虫苯甲酰胺悬浮剂的液相色谱检测方法研究[J]. 中国农学通报, 2015, 31(31): 213-216.
- [5] 钱玉珍,刘金庭. 吡蚜酮·氯虫苯甲酰胺25%悬浮剂高效液相色谱分析[J]. 农药科学与管理, 2013, 34(1): 40-42.
- [6] 郭利丰,虞淼,寿林飞. 农药杀虫剂中未知物——氯虫苯甲酰胺的定性定量分析[J]. 现代农药, 2012, 11(1): 40-42.
- [7] 冉艳,周再豪,周世阳,等. 14%虫螨脲·虱螨脲悬浮剂的高效液相色谱分析[J]. 辽宁化工, 2023, 52(4): 613-616.
- [8] 王兵,李斌,张媛媛,等. QuEChERS-高效液相色谱法测定绿茶中虫螨脲残留[J]. 中国食品学报, 2017, 17(1): 240-245.
- [9] 石隆平,薄瑞,王胜翔,等. 虫螨脲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.
- [10] 中华人民共和国农业部. 农药产品质量分析方法确认指南: NY/T 2887—2016[S]. 北京: 中国农业出版社, 2016.

(编辑:顾林玲)