

◆ 农药分析 ◆

80%烯啶·吡蚜酮水分散粒剂高效液相色谱分析

李玉霞

(山西省应用化学研究所, 山西省化肥农药产品质量监督检验站, 太原 030027)

摘要:采用高效液相色谱法,以甲醇+水为流动相,使用HyPersil GOLD C₁₈色谱柱和紫外检测器,在检测波长270 nm下,对80%烯啶·吡蚜酮水分散粒剂有效成分进行定量分析。结果表明:烯啶虫胺和吡蚜酮的线性相关系数分别为0.999 3和0.999 5,标准偏差分别为0.08和0.11,变异系数分别为0.40%和0.18%,平均回收率分别为99.81%和100.02%。

关键词:烯啶虫胺;吡蚜酮;水分散粒剂;高效液相色谱;分析

中图分类号:TQ 450.7 文献标志码:A doi:10.3969/j.issn.1671-5284.2017.03.008

Determination of Nitenpyram + Pymetrozine 80% WG by HPLC

LI Yu-xia

(Shanxi Quality Supervision and Inspection Station of Fertilizer and Pesticide Products, Shanxi Institute of Applied Chemistry, Taiyuan 030027, China)

Abstract: The quantitative analysis method of nitenpyram + pymetrozine 80% WG by HPLC was established, using methanol and water as mobile phase, on HyPersil GOLD C₁₈ chromatographic column, at 270 nm wavelength. The results showed that the linear correlation coefficients of nitenpyram and pymetrozine were 0.999 3 and 0.999 5, the standard deviations were 0.08 and 0.11, the variation coefficients were 0.40% and 0.18%, and the average recoveries were 99.81% and 100.02%, respectively.

Key words: nitenpyram; pymetrozine; WG; HPLC; analysis

烯啶虫胺(nitenpyram)为新烟碱类杀虫剂,对害虫的突触受体具有神经阻断作用。其高效、低毒,具有良好的内吸活性,与其他药剂无交互抗性,且对作物安全。烯啶虫胺通常用于水稻、果树、蔬菜等防治刺吸式口器害虫,对稻飞虱、白粉虱、蓟马等,及对传统杀虫剂已发生抗性的害虫均具有良好的防治效果^[1]。吡蚜酮(pymetrozine)具有吡啶杂环结构,对害虫具有触杀作用,同时具有强烈的内吸活性和传导性,对白粉虱、蚜虫、烟粉虱、褐飞虱、灰飞虱等具有优异的防治效果,且持效期长。吡蚜酮适用于蔬菜、小麦、水稻、棉花、果树等^[2]。两者复配使用,持效性长,速效性也好,药效显著。田间试验显示,80%烯啶·吡蚜酮水分散粒剂对稻飞虱、小麦蚜虫等具有卓越的防效^[3-4]。本文采用高效液相色谱法,在同一色谱条件下对80%烯啶·吡蚜酮水分散粒剂

中有效成分进行定量分析。方法操作简便,分离效果好,精密度、准确度较高。

1 试验部分

1.1 仪器与试剂

UltiMate 3000高效液相色谱仪,具紫外可变波长检测器,超声波清洗器,过滤器,滤膜孔径0.22 μm。吡蚜酮标样(≥99.2%)、烯啶虫胺标样(≥98.8%),上海市农药研究所,80%烯啶·吡蚜酮水分散粒剂(20%烯啶虫胺+60%吡蚜酮),山西奇星农药有限公司提供。

1.2 色谱操作条件

色谱柱:HyPersil GOLD C₁₈不锈钢柱(250 mm×4.6 mm);柱温:20℃;流动相:甲醇+水(体积比25:75);流速:1.0 mL/min;检测波长:270 nm;进样

收稿日期:2016-12-26

作者简介:李玉霞(1964—),女,高级工程师,主要从事农药分析研究。E-mail: sxlyx606@163.com

体积:5 μL 。在上述色谱条件下,烯啶虫胺保留时间约为6.5 min,吡蚜酮保留时间约为8.4 min。典型液相色谱图分别见图1、图2。

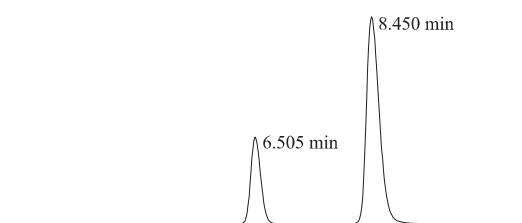


图1 吡蚜酮和烯啶虫胺标样液相色谱图

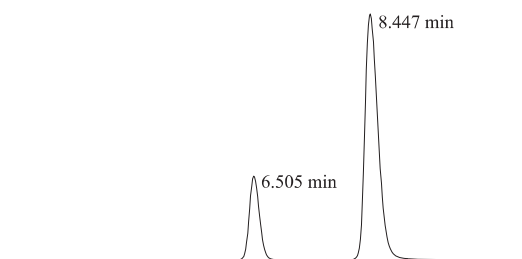


图2 80%烯啶·吡蚜酮水分散粒剂液相色谱图

1.3 测定步骤

1.3.1 溶液的配制

称取烯啶虫胺标样0.05 g、吡蚜酮标样0.15 g(精确至0.000 2 g),置于同一50 mL容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,超声5 min使标样溶解,冷却至室温,摇匀。移取上述标样母液5 mL于25 mL容量瓶中,甲醇稀释至刻度,摇匀,用0.22 μm 滤膜过滤后备用。

称取试样0.3 g(精确至0.000 2 g),置于50 mL容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,超声波振荡5 min使试样溶解,冷却至室温,摇匀。移取上述母液5 mL于25 mL容量瓶中,甲醇稀释至刻度,摇匀,用0.22 μm 滤膜过滤后备用。

1.3.2 测定及计算

在1.2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,直至相邻2针中烯啶虫胺(吡蚜酮)峰面积相对变化小于1.5%后,按照一定顺序进行测定。

将测得的试样溶液以及标样溶液中烯啶虫胺和吡蚜酮峰面积分别进行平均,然后按下式计算。

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

式中: A_1 、 A_2 分别为标样溶液和试样溶液中烯啶虫胺(吡蚜酮)峰面积的平均值; m_1 为烯啶虫胺(吡蚜酮)标样质量,g; m_2 为试样质量,g; P 为标样中烯啶虫胺(吡蚜酮)的质量分数,%。

2 结果与讨论

2.1 试验条件的选择

利用紫外可变波长分光光度计对烯啶虫胺和吡蚜酮进行吸光度测定后,分别在250 nm、260 nm、270 nm、280 nm、290 nm及300 nm波长下进行液相色谱进样检测。综合考虑组分的响应值及其比例,最终选择270 nm做为检测波长。使用HyPersil GOLD C_{18} 不锈钢柱(250 mm $\times$ 4.6 mm),以甲醇和水作为流动相,进行了不同比例的试验。结果发现,以甲醇+水(体积比25:75)为流动相时,分离效果较好,峰形尖锐、对称,试验时间短。

2.2 方法的线性关系

配制一系列不同质量浓度的标样溶液进行测定。以烯啶虫胺(吡蚜酮)的质量浓度为横坐标,峰面积为纵坐标,绘制标准曲线(图3、图4),得烯啶虫胺(吡蚜酮)线性回归方程和相关系数。烯啶虫胺 $y=0.1878x-0.5029$, $R^2=0.9993$,吡蚜酮 $y=0.1939x+0.0322$, $R^2=0.9995$ 。

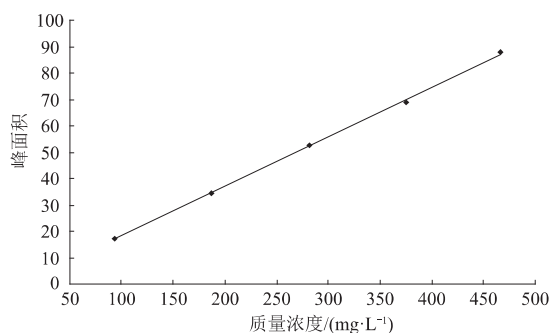


图3 烯啶虫胺线性关系图

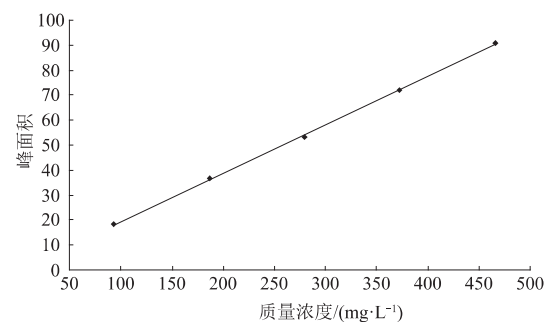


图4 吡蚜酮线性关系图

2.3 方法的精密度

称取同一烯啶虫胺和吡蚜酮复配水分散粒剂试样,准确至0.000 2 g,进行5次重复试验。烯啶虫胺和吡蚜酮的标准偏差分别为0.08和0.11,变异系数分别为0.40%和0.18%(表1)。

表1 方法精密度测定结果

有效成分	质量分数/%	平均值/%	标准偏差	变异系数/%
烯啶虫胺	20.28	20.19	0.08	0.40
	20.17			
	20.08			
	20.15			
	20.26			
吡蚜酮	60.45	60.39	0.11	0.18
	60.56			
	60.29			
	60.31			
	60.35			

2.4 方法的准确度

在已知含量的试样中,分别加入一定量的烯啶虫胺和吡蚜酮标样进行回收率测定。结果表明:烯啶虫胺回收率在99.48%~100.16%之间,平均回收率为99.81%。吡蚜酮回收率在99.76%~100.40%之间,平均回收率为100.02%(表2)。该方法准确度较高,完全满足定量分析要求。

3 结论

该方法操作简便,可同时测定烯啶虫胺和吡蚜酮含量,较高的准确度和精密度满足定量分析的检验要求。该方法可广泛用于烯啶虫胺和吡蚜酮复配

制剂的质量控制。

表2 回收率测定结果

有效成分	理论值/mg	实测值/mg	回收率/%	平均回收率/%
烯啶虫胺	2.215	2.208	99.68	99.81
	3.323	3.317	99.82	
	4.431	4.408	99.48	
	5.538	5.547	100.16	
	6.646	6.640	99.91	
吡蚜酮	6.743	6.727	99.76	100.02
	10.114	10.154	100.40	
	13.486	13.506	100.15	
	16.858	16.828	99.82	
	20.229	20.219	99.95	

参考文献

- [1] 顾林玲. 5种防治稻飞虱药剂的发展研究 [J]. 现代农药, 2014, 13 (3): 5-10.
- [2] 邢君, 马亚光, 王海霞. 吡蚜酮原药的反相高效液相色谱分析 [J]. 农药, 2016, 55 (6): 344-354.
- [3] 刘华玉, 文世凤, 杨萍, 等. 80%吡蚜酮·烯啶虫胺水分散剂防治水稻稻飞虱药效研究 [J]. 现代农药科技, 2012 (12): 117.
- [4] 刘庆友, 姚骏, 李金叶, 等. 60%吡蚜酮·20%烯啶虫胺WG防治小麦蚜虫的效果 [J]. 农机服务, 2011, 28 (8): 1165; 1173.

(责任编辑: 柏亚罗)

(上接第29页)

3 结论

本文提出的采用反相高效液相色谱测定20%硝·烟·辛酰溴可分散油悬浮剂中有效成分质量分数的分析方法,具有较高的准确度和精密度,线性关系良好,分离效果好,并且操作简便、快速,可以用于产品质量检测。

参考文献

- [1] 刘长令. 世界农药大全: 除草剂卷 [M]. 北京: 化学工业出版社, 2002: 47-50; 109-110.
- [2] 柏亚罗, 陈燕玲. 除草剂硝磺草酮的应用与开发进展 [J]. 现代农药, 2016, 15 (2): 42-47.
- [3] 王小梅, 谭培功, 曹正梅, 等. 固相萃取/高效液相色谱法测定水中痕量硝磺草酮 [J]. 分析测试学报, 2015, 34 (2): 216-220.
- [4] 吴春先, 高立明, 王广成, 等. 烟嘧磺隆的高效液相色谱分析 [J]. 农药科学与管理, 2006, 25 (10): 6-9.
- [5] 徐加利, 王金信. 烟嘧磺隆的研究与开发进展 [J]. 农药科学与管

理, 2007, 28 (6): 35-39.

- [6] 华乃震. 除草剂烟嘧磺隆的剂型与助剂 [J]. 农药, 2014, 53 (3): 167-173.
- [7] 雷艳, 刘强. 磺酰脲类除草剂——烟嘧磺隆的合成 [J]. 现代农药, 2013, 12 (5): 9-14.
- [8] 贾春虹, 朱晓丹, 赵尔成, 等. 液相色谱质谱法测定玉米田中莠去津和烟嘧磺隆的残留 [J]. 江苏农药科学, 2014, 42 (2): 253-255.
- [9] 李世忠. 辛·烟·滴异辛酯油悬浮剂的液相色谱分析方法 [J]. 上海化工, 2013, 38 (6): 31-33.
- [10] 陈柏. 24%辛·烟·氯氟吡OD在玉米及其土壤中的消解动态与残留 [J]. 现代农药, 2015, 14 (4): 43-45.

(责任编辑: 顾林玲)

扫一扫下方二维码



微信号: M-pesticide-E

公众号: 现代农药

QQ: 906491600

电话: 025-86581148

传真: 025-86581147

网址: www.agroinfo.com.cn