

◆ 农药分析 ◆

6%阿维·噻唑磷微囊悬浮剂高效液相色谱分析

陈玲玲, 仲苏林, 吴建兰, 胥亚云, 曹新梅, 高泉颖

(联合国南通农药剂型开发中心, 江苏南通 226006)

摘要:采用高效液相色谱法,以C₁₈不锈钢柱为色谱柱,乙腈+甲醇+水为流动相,在245 nm条件下,同时分离测定6%阿维·噻唑磷微囊悬浮剂中有效成分。结果表明,噻唑磷和阿维菌素的线性相关系数分别为0.999 5和0.999 6,标准偏差分别为0.027和0.009,变异系数分别为0.54%和0.89%,平均回收率分别为99.67%和99.32%。

关键词:阿维菌素;噻唑磷;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.1671-5284.2018.01.010

Analysis of Abamectin + Fosthiazate 6% CS by HPLC

CHEN Ling-ling, ZHONG Su-lin, WU Jian-lan, XU Ya-yun, CAO Xin-mei, GAO Xiao-ying

(UN Nantong Pesticide Formulation Development Center, Jiangsu Nantong 226006, China)

Abstract: A method for the separation and determination of abamectin + fosthiazate 6% CS was established by HPLC, using acetonitrile, methanol and water as mobile phase, on Eclipse XDB C₁₈ column, at the wavelength of 245 nm. The results showed that the linear correlation coefficients of fosthiazate and abamectin were 0.999 5 and 0.999 6, the standard deviations were 0.027 and 0.009, the variation coefficients were 0.54% and 0.89%, the average recoveries were 99.67% and 99.32%, respectively.

Key words: abamectin; fosthiazate; HPLC; analysis

阿维菌素(abamectin)由日本北里大学和美国Merck公司首先开发,是广泛使用的一类具有杀菌、杀虫、杀螨、杀线虫活性的十六元大环内酯化合物^[1]。噻唑磷(fosthiazate)为有机磷类杀虫、杀线虫剂,由日本石原产业研制。其主要通过抑制害虫乙酰胆碱酯酶的合成而起效,可用于防治各类根结线虫、蚜虫等^[2]。联合国南通农药剂型开发中心将2种杀虫剂进行复配,扩大了两者杀虫谱,使得2种药剂相互补充,药效明显,且延缓了抗药性的产生^[3]。目前阿维菌素、噻唑磷单剂及其与其它药剂复配制剂的检测方法已有报道^[2,4],而利用高效液相色谱同柱测定两者复配微囊悬浮剂的分析方法未见报道。本文采用反相高效液相色谱法,同时分离测定阿维菌素和噻唑磷。该方法操作简便、快捷,准确度和精密度良好,适用于农药制剂分析。

1 实验部分

1.1 仪器

安捷伦高效液相色谱仪(1200),带二极管阵列检测器(DAD)、在线脱气机、自动进样器、四元梯度泵及安捷伦化学工作站。

1.2 试剂

水,新蒸2次蒸馏水;甲醇、乙腈(色谱纯);阿维菌素标样(98.9%)、噻唑磷标样(98.6%),上海市农药研究所;6%阿维·噻唑磷微囊悬浮剂(1%阿维菌素+5%噻唑磷),联合国南通农药剂型开发中心制。

1.3 色谱条件

色谱柱:Agilent Eclipse XDB C₁₈不锈钢柱(150 mm×4.6 mm,5 μm);流动相:乙腈+甲醇+水。梯度洗脱:0~5 min,乙腈、甲醇、水三者体积比

收稿日期:2017-08-23

作者简介:陈玲玲(1985—),女,江苏省南通市人,助理工程师,主要从事农药分析工作。E-mail: sarac11@126.com

35:25:40, 6~20 min, 乙腈、甲醇、水三者体积比60:25:15, 21~24 min, 乙腈、甲醇、水三者体积比35:25:40。柱温:室温;检测波长:245 nm;流速:1.0 mL/min;进样量:5 μ L。在上述操作条件下,噻唑磷保留时间约为3.7 min,阿维菌素B_{1b}保留时间约为13.5 min, B_{1a}约为15.5 min。标样以及试样典型高效液相色谱图如图1、图2。

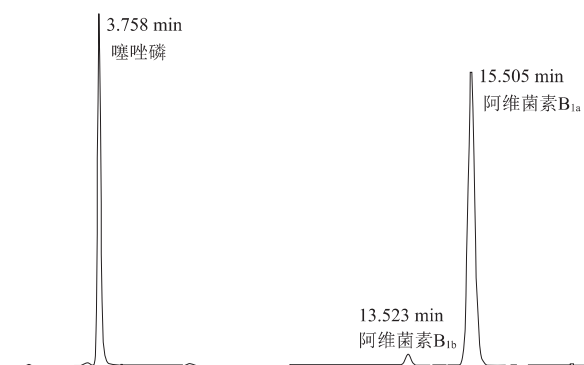


图1 噻唑磷和阿维菌素标样色谱图

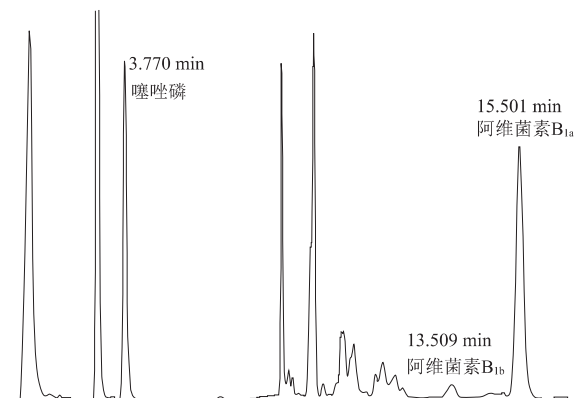


图2 6%阿维·噻唑磷微囊悬浮剂色谱图

1.4 操作步骤

1.4.1 溶液配制

分别称取噻唑磷标样0.3 g、阿维菌素标样0.06 g(均精确至0.000 2 g),置于50 mL容量瓶中,用甲醇超声溶解,冷却至室温后用甲醇定容至刻度,即制得标样混合溶液。

称取试样约1.2 g(精确至0.000 2 g),置于50 mL容量瓶中,用甲醇超声溶解15 min,冷却至室温后用甲醇定容至刻度,摇匀,过滤,即得到试样溶液。

1.4.2 测定

在上述色谱操作条件下,待仪器基线稳定后,连续注入3针试样溶液。将测得的3针试样溶液峰面积平均值分别代入噻唑磷和阿维菌素线性回归方程,分别计算样品中噻唑磷和阿维菌素(B_{1a}+B_{1b})有效成分的质量分数。

2 结果与讨论

2.1 检测波长的选择

对噻唑磷和阿维菌素标样溶液分别进行紫外扫描,得到两者紫外吸收光谱图(图3、图4)。从图中可以看出,噻唑磷在225 nm有较好吸收,阿维菌素在245 nm有较好吸收。因样品中阿维菌素含量较低,考虑使两者有效成分峰面积接近,故而选择245 nm作为检测波长。

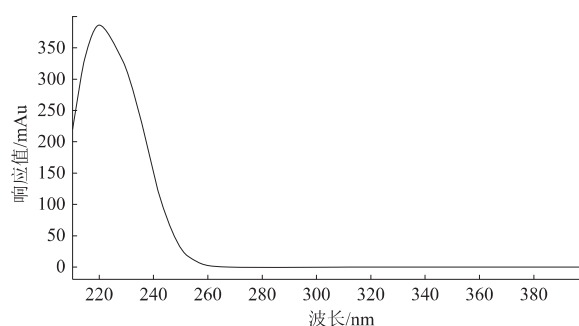


图3 噻唑磷光谱图

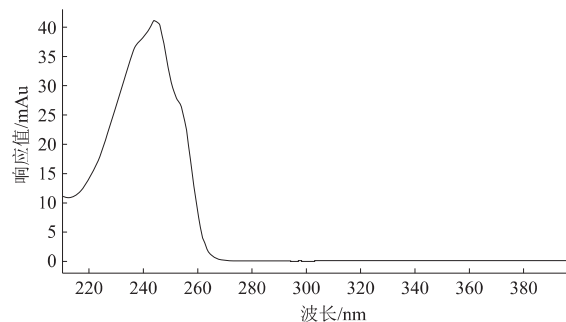


图4 阿维菌素光谱图

2.2 流动相的选择

阿维菌素的液相分析中,流动相需用到乙腈^[4],在Agilent Eclipse XDB C₁₈色谱柱上采用乙腈-甲醇-水体系作流动相。以阿维菌素的流动相进行研究,存在溶剂峰干扰样品峰的问题,因此采用梯度洗脱(0~5 min,乙腈、甲醇、水体积比35:25:40, 6~20 min,乙腈、甲醇、水体积比60:25:15, 21~24 min,初始流动相)。在此梯度条件下,色谱峰保留时间合适,有效成分完全分离,峰形对称。

2.3 方法的线性相关性测定

用移液管分别移取1.4.1中标样溶液1.0, 2.0, 5.0, 8.0, 10.0 mL于5个25 mL容量瓶中,配制一系列噻唑磷和阿维菌素不同质量浓度的混合标样溶液。在上述色谱条件下,测其相应的峰面积值。以噻唑磷、阿维菌素的质量浓度为横坐标,其峰面积为纵坐标,分别绘制线性关系曲线,见图5、图6。线性回归方程

分别为 $y_{\text{噻唑磷}}=921.17x-13.224$ $y_{\text{阿维菌素}}=8283x-7.4422$, 相关系数分别为 $R^2_{\text{噻唑磷}}=0.9995$ $R^2_{\text{阿维菌素}}=0.9996$ 。

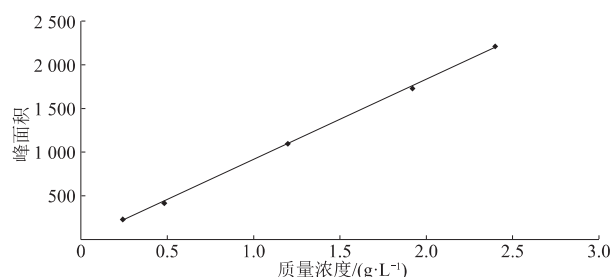


图5 噻唑磷线性关系图

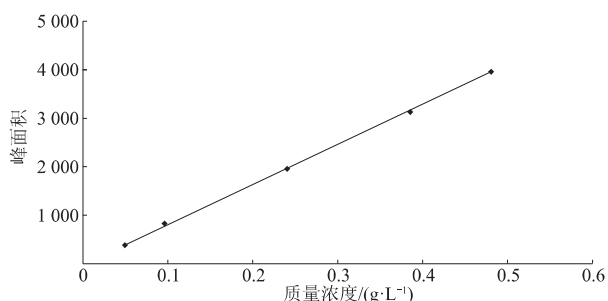


图6 阿维菌素线性关系图

2.4 方法精密度实验

对同一6%阿维·噻唑磷微囊悬浮剂样品平行测定5次, 测得噻唑磷和阿维菌素的平均质量分数分别为5.02%和1.00%, 标准偏差分别为0.027和0.009, 变异系数分别为0.54%和0.89%(表1)。从测定结果可以看出该方法具有较好的精密度。

表1 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		
噻唑磷	4.99	5.06	5.02	5.00	5.05	0.027	0.54
阿维菌素	0.99	1.01	0.99	1.01	1.00	0.009	0.89

2.5 方法准确度实验

称取5个已知噻唑磷质量分数5.02% 阿维菌素质量分数1.00%的试样, 分别用移液管准确加入1.4.1中的混合标样溶液1 mL、2 mL、3 mL、4 mL、5

mL, 进行添加回收率测定。测得噻唑磷的回收率为98.93%~100.61%, 平均回收率为99.67%, 阿维菌素的回收率为97.98%~100.41%, 平均回收率为99.32%(表2)。

表2 方法准确度实验结果

有效成分	序号	理论加入量/ mg	实测量/ mg	回收率/ %	平均回收率/ %
噻唑磷	1	6.030	6.067	100.61	99.67
	2	12.061	12.010	99.58	
	3	18.091	17.897	98.93	
	4	24.122	23.915	99.14	
	5	30.152	30.179	100.09	
阿维菌素	1	1.234	1.239	100.41	99.32
	2	2.469	2.477	100.33	
	3	3.703	3.656	98.74	
	4	4.937	4.894	99.14	
	5	6.171	6.046	97.98	

3 结论

实验结果表明, 该方法操作简便, 能够同时测定6%阿维·噻唑磷微囊悬浮剂中2种有效成分的质量分数, 拥有较好的精密度和较高的准确度, 可用于该复配制剂的质量检测。

参考文献

- [1] 张敏恒. 新型高效广谱杀虫杀螨剂阿维菌素[J]. 农药, 1998, 37(3): 36-37.
- [2] 潘静, 徐妍, 马超, 等. 12%噻虫嗪·噻唑磷颗粒剂的高效液相色谱分析[J]. 现代农药, 2017, 16(1): 38-40.
- [3] 王战清, 谢瑞英, 赵彦超, 等. 阿维菌素·噻唑磷杀虫剂组合物: ZL, 201110127559.7 [P]. 2011-12-07.
- [4] 梅宝贵, 李秀杰. 阿维菌素的液相色谱分析[J]. 化工标准、计量、质量, 2002(4): 35-36.

(责任编辑: 顾林玲)

先正达新杀菌剂 Miravis Top 在阿根廷上市

先正达(现中国化工)在阿根廷上市氟唑菌酰胺(pydiflumetofen)与苯醚甲环唑(difenoconazole)复配剂(商品名 Miravis Top)。该广谱杀菌剂用于防治辣椒白粉病(*Leveillula taurica*)、番茄白粉病(*Oidium neolycoopersici*)及灰斑病(*Stemphylium* spp)。2017年, 氟唑菌酰胺与苯醚甲环唑复配剂 Miravis Duo 首次在阿根廷上市, 用于大豆。氟唑菌酰胺为先正达发现、开发的吡唑酰胺类杀菌剂, 是琥珀酸脱氢酶抑制剂(SDHI)类杀菌剂中最新上市的一个品种。阿根廷是氟唑菌酰胺的首发国, 2016年底登记, 2017年初上市。先正达预测氟唑菌酰胺的年销售峰值将突破7.50亿美元。

(顾林玲译自《Agrow》)