

◆ 农药分析 ◆

40%阿维菌素干悬浮剂的 HPLC 分析

李 飞, 韩冲冲, 李保同*

(江西农业大学 农学院, 南昌 330045)

摘要: 采用Agilent Zorbax Eclipse XDB-C₁₈色谱柱和二极阵列检测器, 以乙腈 + 水为流动相, 在245 nm波长下对阿维菌素进行外标法定量分析。结果表明, 阿维菌素的线性相关系数(R^2)为0.999 9, 标准偏差为0.43, 变异系数为1.06%, 平均回收率为100.37%。该方法具有操作简便, 分离效果好, 线性相关性良好等优点, 具有较高的精密度和准确度, 可用于阿维菌素干悬浮剂的定量分析。

关键词: 阿维菌素; 干悬浮剂; 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.1671-5284.2018.06.006

Analysis of Abamectin 40% DF by HPLC

Li Fei, Han Chong-chong, Li Bao-tong*

(College of Agronomy, Jiangxi Agricultural University, Nanchang 330045, China)

Abstract: The determination of abamectin in the samples was conducted by HPLC on Zorbax Eclipse XDB-C₁₈ column, the mixture solution of acetonitrile and water was used as the mobile phase, and UV detector at 245 nm. The results showed that the linear correlation coefficient of abamectin was 0.999 9, the standard deviation was 0.43, and the coefficient of variation was 1.06%, and the average recovery was 100.37%. The method had the advantages of simple operation, good separating effect, good linear relationship, high precision and accuracy, it was suitable for quantitative analysis of abamectin DF.

Key words: abamectin; DF; HPLC; analysis

阿维菌素(abamectin)是由日本北里大学和美国Merck公司开发的一类具有杀虫、杀螨和杀线虫活性的十六元大环内酯类化合物^[1], 已广泛用于水稻、烟草、果树和蔬菜等作物上害虫和螨类的防治^[2-4]。目前国内已有阿维菌素水乳剂、微乳剂的HPLC分析方法报道^[5-6], 但多采用甲醇 + 水体系为流动相, 分析时间往往较长。本文采用乙腈 + 水为流动相, 对绿色环保新制剂40%阿维菌素干悬浮剂中的有效成分进行HPLC分析, 方法操作简便, 可以快速准确地对阿维菌素进行定量分析。

1 试验部分

1.1 试剂

乙腈(色谱纯); 96.0%阿维菌素标准品(农业农

村部农药检定所提供); 40%阿维菌素干悬浮剂(江西纳农新田科技有限公司)。

1.2 仪器

Agilent 1260高效液相色谱仪, 带DAD检测器(美国Agilent科技有限公司); 色谱柱 Zorbax Eclipse XDB-C₁₈(150 mm × 4.6 mm, 5 μm)不锈钢柱; 0.22 μm有机滤膜; 超声波清洗器; 紫外可见分光光度计。

1.3 色谱条件

流动相 :V(乙腈) : V(水) = 80 : 20; 流速为1 mL/min; 检测波长为245 nm; 柱温为30℃; 进样量为20 μL。在此条件下, 阿维菌素B_{1a}保留时间为7.137 min, 阿维菌素B_{1b}保留时间为4.056 min。阿维菌素B_{1a}和B_{1b}标样溶液液相色谱图见图1。

收稿日期: 2018-06-10

基金项目: “十三五”国家重点研发计划(2017YFD0301604); 江西省科技支撑计划(20151BBF60070)

作者简介: 李飞(1992—)男, 山东省枣庄市人, 硕士研究生, 主要从事农药残留分析研究。E-mail: 772609798@qq.com

通讯作者: 李保同(1966—)男, 江西省崇仁县人, 教授, 博士生导师, 主要从事农药学研究。E-mail: libt66@163.com

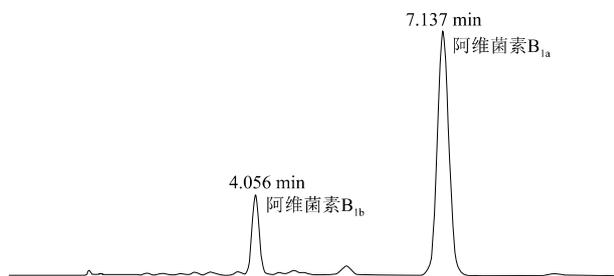


图1 阿维菌素标样溶液液相色谱图

1.4 测定步骤

1.4.1 标样溶液的配制

准确称取0.010 8 g阿维菌素标准品(精确至0.000 2 g),置于50 mL容量瓶中,适量乙腈溶解,超声波水浴助溶15 min,冷却至室温,然后用乙腈定容,配制成200 mg/L母液,备用。

1.4.2 试样溶液的配制

称取0.025 0 g试样(精确至0.000 2 g),置于50 mL容量瓶中,加入乙腈,超声波水浴助溶,冷却至室温,然后用乙腈定容,过0.22 μm有机滤膜,备用。

1.4.3 测定

在上述液相色谱条件下,待仪器泵的压力和基线稳定后,连续注入数针标样溶液,待相邻2针峰面积变化小于1.5%时,按标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进样。

1.4.4 计算

根据标样溶液和试样溶液中阿维菌素($B_{1a}+B_{1b}$)的峰面积,按外标法定量计算试样溶液中阿维菌素($B_{1a}+B_{1b}$)的质量分数 $w(\%)$,计算公式如下。

$$w = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot P}{A_1 \cdot m_2} \times 100$$

式中: A_1 为标样溶液中阿维菌素($B_{1a}+B_{1b}$)峰面积的平均值; A_2 为试样溶液中阿维菌素($B_{1a}+B_{1b}$)峰面积的平均值; m_1 为阿维菌素($B_{1a}+B_{1b}$)标准品的质量(g); m_2 为试样的质量(g); P 为阿维菌素($B_{1a}+B_{1b}$)标准品的质量分数(%)。

2 结果与讨论

2.1 色谱条件的选择

通过DAD二极管阵列检测器进行全波长扫描,获得阿维菌素紫外吸收谱图(图2)。从图中看出,阿维菌素在245 nm附近响应值最大。因此选择245 nm为检测波长。

阿维菌素可以使用甲醇+水体系和乙腈+水体系为流动相。试验发现,以乙腈+水体系为流动相,峰形尖锐,保留时间更短,且与杂质峰分离效果好,

吸收峰在7.13 min和4.06 min附近。故选择乙腈+水体系为流动相,两者体积比为80:20,流速为1 mL/min。

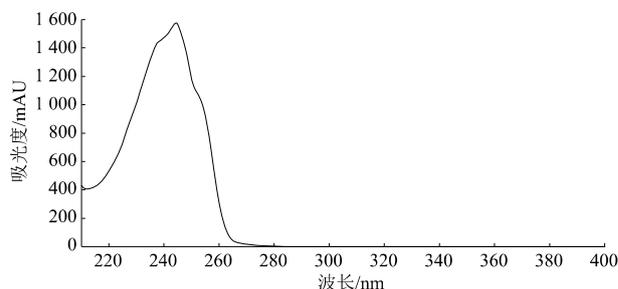


图2 阿维菌素紫外吸收谱图

2.2 方法线性关系测定

用流动相将200 mg/L标样溶液母液逐级稀释为质量浓度0.01、0.05、0.1、0.5、1、5、10、20 mg/L的标样溶液,在上述色谱检测条件下,用外标法(峰面积)进行定量分析。以待测阿维菌素的质量浓度为 x 轴,以色谱峰的峰面积为 y 轴,作标准曲线图。方法的线性回归方程 $y=34.942 0 x-0.021 2$, $R^2=0.999 9$ (图3)。结果表明:在质量浓度0.01~20 mg/L时,阿维菌素峰面积与质量浓度线性关系良好。该方法可用于阿维菌素的分析和检测。

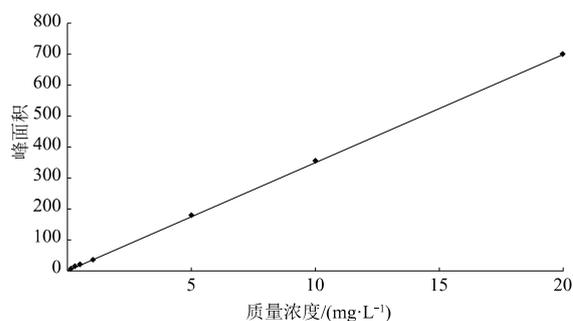


图3 方法的线性关系图

2.3 方法精密度测定

从同一阿维菌素制剂产品中称取5份试样,在上述色谱条件下测定阿维菌素的质量分数,得到标准偏差和变异系数,结果见表1。方法的标准偏差为0.43,变异系数为1.06%,变异系数满足国际农药分析协作委员会(CIPAC)的要求(<1.71%)。

表1 40%阿维菌素干悬浮剂精密度测定结果

序号	质量分数/%	平均值/%	标准偏差	变异系数/%
1	41.69			
2	40.69			
3	41.34	41.08	0.43	1.06
4	41.01			
5	40.68			

(下转第44页)

残留分析的要求,在实际检测中具有较强的可行性和实用性,该方法同样也可为其他农产品中烟嘧磺隆、莠去津、2甲4氯、2甲4氯异辛酯的残留检测提供参考。

参考文献

- [1] Tomlin C D S. The e-Pesticide Manual [DB/CD]. 16th ed. Brighton: British Crop Production Council, 2011: 44; 545; 621.
- [2] 何健,周艳,孔德洋,等. 2甲4氯和2甲4氯异辛酯在斑马鱼体内生物富集性[J]. 农药, 2015, 54 (11): 822-824.
- [3] 宋敏,田枫,路兴涛,等. 48%双氟磺草胺·氯氟吡氧乙酸·2甲4氯异辛酯悬浮剂对冬小麦田阔叶杂草的防除效果及安全性[J]. 农药, 2015, 54 (9): 697-699; 702.
- [4] Kaczyński P. Large-scale Multi-class Herbicides Analysis in Oilseeds by Rapid One-step QuEChERS-Based Extraction and Cleanup Method Using Liquid Chromatography-Tandem Mass Spectrometry [J]. Food Chemistry, 2017, 230: 411-422.
- [5] Dong X F, Liang S X, Shi Z H, et al. Development of Multi-Residue Analysis of Herbicides in Cereal Grain by Ultra-Performance Liquid Chromatography-Electrospray Ionization-Mass Spectrometry [J]. Food Chemistry, 2016, 192: 432-440.
- [6] Liu C M, Dou X W, Zhang L, et al. Determination of Triazine Herbicides and Their Metabolites in Multiple Medicinal Parts of Traditional Chinese Medicines Using Streamlined Pretreatment and UFLC-ESI-MS/MS [J]. Chemosphere, 2017, 190: 103-113.
- [7] 梁林,潘金菊,刘伟. 超高效液相色谱-串联质谱法同时测定玉米

- 及土壤中烟嘧磺隆和2甲4氯残留[J]. 农药学报, 2012, 14 (6): 659-663.
- [8] 苏趋,刘彬,洪军,等. 加速溶剂萃取-高效液相色谱法测定土壤中11种三嗪类除草剂[J]. 环境化学, 2017, 36 (3): 628-634.
- [9] 胡玖,乔桂芳,刘惠婉,等. 38%辛·烟·莠去津可分散油悬浮剂高效液相色谱分析[J]. 农药, 2016, 55 (11): 808-810.
- [10] 方灵,苏德森,刘文静,等. 多壁碳纳米管固相萃取气相色谱-串联质谱法测定乌龙茶及土壤中10种三嗪类除草剂残留[J]. 农药学报, 2017, 19 (5): 617-623.
- [11] 王峰恩,邓立刚,李霞,等. QuEChERS-气相色谱-串联质谱法同时测定饲草中10种农药残留[J]. 农药学报, 2017, 19 (1): 68-75.
- [12] 杜鹏飞,金茂俊,石梦琪,等. 分散固相萃取-气相色谱-质谱法同时测定玉米中百草胺、莠去津和2,4-滴异辛酯[J]. 农药, 2015, 54 (10): 748-751.
- [13] 黄亮,刘芯成,朱萌萌,等. 气相色谱-串联质谱法测定灌溉水中二甲四氯异辛酯的残留量[J]. 浙江农业科学, 2017, 58 (3): 504-507.
- [14] 郭和光,吴丹青,邵国健,等. 顶空-固相微萃取-气相色谱法测定甘蔗中的莠去津[J]. 中国卫生检验杂志, 2016, 26 (18): 2614-2615; 2619.
- [15] 刘亚娟,侯志广,梁爽,等. 42%丁草胺·异丙草胺·莠去津悬乳剂在玉米植株及土壤中的残留分析方法[J]. 农药, 2016, 55 (9): 684-687.
- [16] 柴化鹏. 23%烟嘧·莠去津可分散油悬浮剂气相色谱分析[J]. 现代农药, 2018, 17 (1): 37-39.

(责任编辑:柏亚罗)

(上接第 19 页)

2.4 方法准确度测定

准确称取5份已知含量的40%阿维菌素干悬浮剂试样,分别置于50 mL容量瓶中,每份试样中加入一定量的阿维菌素标准品,在上述色谱条件下测定。阿维菌素的回收率为99.39%~102.11%,平均回收率为100.37%(见表2)。

表 2 40%阿维菌素干悬浮剂回收率测定结果

序号	添加量/mg	实测值/mg	回收率/%	平均回收率/%
1	16.27	16.17	99.39	
2	13.28	13.56	102.11	
3	15.12	15.20	100.53	100.37
4	14.37	14.31	99.58	
5	15.78	15.82	100.25	

3 结论

本方法以C₁₈反相色谱柱为分离柱,乙腈+水(体积为80:20)为流动相,245 nm为检测波长,测

定40%阿维菌素干悬浮剂中有效成分的质量分数。方法具有操作简便,分离效果好,线性关系良好,准确度和精密度高等优点,适用于制剂中阿维菌素的定量分析。

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] 李保同,裴春梅,石庆华,等. 阿维菌素对二化螟和稻纵卷叶螟的生物活性及稻田天敌的影响 [J]. 植物保护学报, 2009, 36 (6): 550-554.
- [3] 闫文涛,张怀江,孙丽娜,等. 7种阿维菌素复配剂对苹果全爪螨的田间防效评价 [J]. 中国果树, 2015 (6): 63-65.
- [4] 李素霞,张杰,张文娟,等. 不同加工剂型阿维菌素对南方根结线虫的防治效果 [J]. 植物保护学报, 2013, 40 (6): 575-576.
- [5] 秦岭. 1.8%阿维菌素水乳剂高效液相色谱分析方法的研究 [J]. 安徽化工, 2006 (5): 64-65.
- [6] 何娟,卢奎,李永香. 阿维菌素微乳剂高效液相色谱分析方法研究 [J]. 分析试验室, 2007, 26 (1): 119-121.

(责任编辑:顾林玲)