

◆ 农药分析 ◆

22.4%螺虫乙酯·氯噻啉悬浮剂的高效液相色谱分析

杜 辉, 陆雪芳, 朱艳梅

(南通江山农药化工股份有限公司, 江苏南通 226017)

摘要:为了探讨同一色谱条件下两种有效成分同柱分析的可行性,通过液相色谱对22.4%螺虫乙酯·氯噻啉悬浮剂样品进行分析。以乙腈和水为流动相,以ZORBAX XDB-C₁₈柱为分离柱,使用紫外检测器,在254 nm波长下对22.4%螺虫乙酯·氯噻啉悬浮剂进行高效液相色谱分离和定量分析。结果表明:螺虫乙酯和氯噻啉的线性相关系数分别为0.999 5和0.999 4;标准偏差分别为0.059和0.047,变异系数分别为0.35%和0.83%,平均回收率分别为99.72%和99.59%。该方法操作简单,精密度和准确度高,线性关系好,而且一根柱子能同时测定试样中两种有效成分。

关键词:螺虫乙酯;氯噻啉;悬浮剂;高效液相色谱;定量分析

中图分类号:TQ 450.7 文献标志码:A doi:10.3969/j.issn.1671-5284.2019.05.010

Analysis of Spirotetramat + Imidaclothiz 22.4% SC by HPLC

Du Hui, Lu Xue-fang, Zhu Yan-mei

(Nantong Jiangshan Agrochemical & chemicals Co., Ltd., Jiangsu Nantong 226017, China)

Abstract: In order to investigate the analysis feasibility of two active ingredients with one column under the same HPLC condition, the analysis method for 22.4% spirotetramat and imidaclothiz SC by HPLC. Using ZORBAX XDB-C₁₈ column and UV detector at 254 nm wavelength, with acetonitrile-water as the mobile phase, 22.4% spirotetramat and imidaclothiz SC in the samples were separated and quantitatively analyzed. The results showed that the linear correlation coefficients were 0.999 5 and 0.999 4, the standard deviation were 0.059 and 0.047, the coefficients of variation were 0.35% and 0.83%, the average recoveries were 99.72% and 99.59%. The method was simple, with high accuracy, precision and good linear relationship. The two active ingredients can be detected with a same column.

Key words: spirotetramat; imidaclothiz; SC; high performance liquid chromatography; quantitative analysis

螺虫乙酯是拜耳公司研发的一种季酮酸类杀虫杀螨剂,杀虫谱广、持效期长^[1]。氯噻啉是南通江山农药化工股份有限公司研发的、具有自主知识产权的一种用于防治蚜虫、飞虱等害虫的新烟碱类杀虫剂,具有强内吸性、不受温度高低限制、无抗性、低毒广谱、成本低等优势。螺虫乙酯与氯噻啉复配悬浮剂产品,由两种不同作用机制的有效成分组成,具有明显的协同增效作用,防治效果优于单剂单独使用,同时减少了农药使用量,可降低农药在

农作物上的残留,减轻对环境的污染,延缓病虫害抗药性的产生^[2]。螺虫乙酯、氯噻啉单剂或与其他药剂复配制剂的分析方法已有报道^[1-3-4],但螺虫乙酯与氯噻啉复配制剂的两种有效成分在同一色谱条件下进行同柱分析的方法尚未见公开报道。

笔者采用C₁₈反相色谱柱和紫外可调波长检测器检测复配制剂中的螺虫乙酯和氯噻啉,探讨这两种有效成分在同一色谱条件下进行同柱分析的方法。

收稿日期:2019-06-10

作者简介:杜辉(1966—)男,江苏省南通市人,硕士,高级工程师,主要从事农药研究工作。E-mail: andrewdh@sina.com

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

Agilent 1260高效液相色谱仪(配有紫外检测器、自动进样器及色谱工作站),美国安捷伦公司; Sartorius BP 211D十万分之一电子天平;北京历元UPW-30S超纯水器 过滤器(滤膜孔径0.45 μm);乙腈(色谱纯),美国天地公司,超纯水(电阻率 25℃, 18.2 MΩ·cm);螺虫乙酯标准品(质量分数98.0%),沈阳化工研究院;氯噻啉标准品(质量分数98.0%)、22.4%螺虫乙酯·氯噻啉悬浮剂,南通江山农药化工股份有限公司。

1.2 实验方法

1.2.1 色谱操作条件

液相色谱柱:Agilent Zorbax Eclipse C₁₈;不锈钢柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm);柱温:室温;检测波长 254 nm;流动相采用梯度洗脱(表1),进样体积:5 μL;氯噻啉保留时间约为4.0 min,螺虫乙酯保留时间约为9.3 min。

表1 梯度洗脱参数

时间/min	乙腈/%	水/%	流速/(mL·min ⁻¹)
0	40	60	1.0
5.00	40	60	1.0
6.00	90	10	1.0
10.00	90	10	1.0
10.50	40	60	1.0
15.00	40	60	1.0

螺虫乙酯和氯噻啉标样和试样的典型液相色谱图见图1和图2。

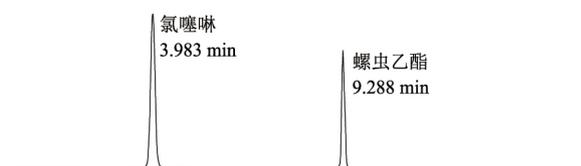


图1 标样中螺虫乙酯和氯噻啉液相色谱图

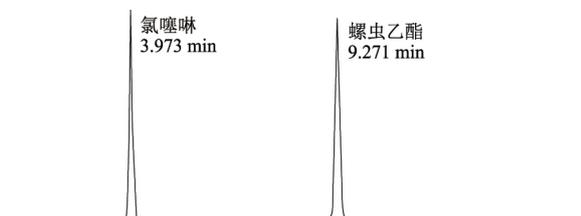


图2 22.4%螺虫乙酯·氯噻啉悬浮剂液相色谱图

1.2.2 测定步骤

(1)标准溶液配制。称取螺虫乙酯标准品约

0.05 g(精确至0.000 02 g)于100 mL容量瓶中,同时称取氯噻啉标样约0.015 g(精确至0.000 02 g)于此瓶中,用流动相稀释至刻度,超声溶解,冷却至室温,摇匀备用。

(2)试样溶液的配制。称取约含螺虫乙酯0.05 g的22.4%螺虫乙酯·氯噻啉悬浮剂试样(精确至0.000 02 g)于100 mL容量瓶中,用流动相稀释至刻度,超声溶解,摇匀备用。

(3)测定。在上述操作条件下,待分析条件满足后,按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

(4)结果与计算。螺虫乙酯(氯噻啉)的质量分数 $w(\%)$ 按下列公式计算。

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

式中: A_1 为标样溶液中螺虫乙酯(或氯噻啉)峰面积的平均值, mAU ; A_2 为试样溶液中螺虫乙酯(或氯噻啉)峰面积的平均值, mAU ; m_1 为螺虫乙酯(或氯噻啉)标样的质量, g ; m_2 为试样的质量, g ; P 为标样中螺虫乙酯(或氯噻啉)的质量分数, $\%$ 。

2 结果与分析

2.1 溶剂和流动相的选择

根据螺虫乙酯和氯噻啉的性质,螺虫乙酯和氯噻啉在乙腈中溶解性较好且比较稳定。笔者测试了不同比例的流动相(乙腈:水),当乙腈比例增加时,氯噻啉出峰比较早,杂质得不到有效分开;而采用梯度洗脱,试样中的有效成分和杂质既得到有效分离,又能保证两个有效成分的保留时间比较适中。

2.2 检验波长的选择

通过Agilent 1260高效液相色谱仪的光谱数据采集功能,对配成一定浓度的螺虫乙酯和氯噻啉溶液进行紫外波长扫描,发现在254 nm处,氯噻啉的灵敏度比较高,螺虫乙酯也有一定的吸收,且产品中各杂质在该波长时不影响产品的测定,故选择254 nm作为本方法的最适检测波长。

2.3 样品前处理

称取一定量的试样,单独用乙腈或水溶解,会出现不溶或有一定量浑浊的现象,而用流动相溶解试样,样品能溶解,但不透明,用0.45 μm滤膜过滤滤液澄清后进样。

2.4 分析方法的线性相关性测定

依据上述液谱条件,按照螺虫乙酯和氯噻啉有效成分含量配成5个不同浓度的标准溶液,在前述操作条件下进样,得出5个相应的峰面积(表2)。以

质量浓度为横坐标,峰面积为纵坐标分别作螺虫乙酯和氯噻啉的线性关系图(图3和图4)。螺虫乙酯和氯噻啉线性回归方程分别为 $y=3\,531.1x+38.802$ 和 $y=23\,324x-942.94$ 相关系数分别为0.999 5和0.999 4。

表 2 分析方法的线性相关性测定结果

有效成分	序号	质量浓度/(mg·mL ⁻¹)	峰面积/mAU
螺虫乙酯	1	0.250 5	914.66
	2	0.378 8	373.29
	3	0.502 1	1 825.28
	4	0.625 6	2 265.11
	5	0.749 2	2 665.29
氯噻啉	1	0.075 1	746.23
	2	0.116 6	1 809.68
	3	0.150 9	2 606.81
	4	0.230 8	4 490.41
	5	0.301 1	6 029.41

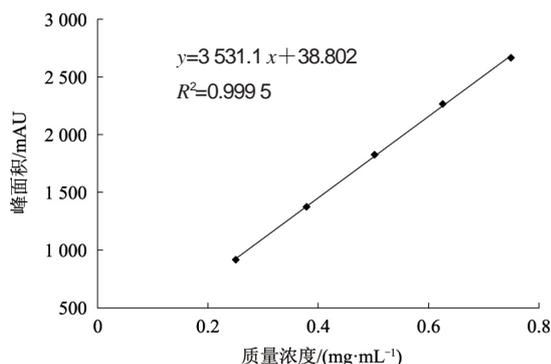


图 3 螺虫乙酯线性关系图

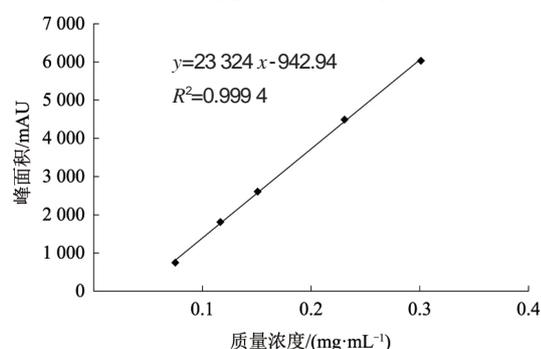


图 4 氯噻啉线性关系图

2.5 方法的精密度测定

称取同一个22.4%螺虫乙酯和氯噻啉试样,在上述条件下进行5次平均测定样分析,结果见表3,螺虫乙酯和氯噻啉的标准偏差分别为0.059和0.047,变异系数分别为0.35%和0.83%。

表 3 精密度测定结果

有效成分	质量分数/%					标准偏差	变异系数/%
	1	2	3	4	5		
螺虫乙酯	16.92	16.85	16.95	16.80	16.88	0.059	0.35
氯噻啉	5.66	5.60	5.64	5.69	5.58	0.047	0.83

2.6 方法的准确度测定

准确称取5个22.4%螺虫乙酯·氯噻啉悬浮剂试样,加入一定量的螺虫乙酯和氯噻啉标准品,按上述处理办法和相同的操作条件进行测定,测得螺虫乙酯和氯噻啉的平均回收率分别为99.72%和99.59%(表4)。

表 4 准确度测定结果

有效成分	编号	理论值/mg	实测值/mg	回收率/%	平均回收率/%
螺虫乙酯	1	52.36	52.14	99.58	99.72
	2	55.41	55.19	99.60	
	3	54.06	54.03	100.04	
	4	52.05	51.85	99.62	
	5	54.67	54.55	99.78	
氯噻啉	1	15.79	15.81	100.13	99.59
	2	16.31	16.19	99.26	
	3	15.62	15.53	99.42	
	4	16.07	15.99	99.50	
	5	16.23	16.17	99.63	

3 结论

结果表明,本方法在保证良好分离度的前提下,线性关系良好,精密度和准确度高,一根柱子能够同时测定试样中两种有效成分,不仅减少了流动相试剂消耗,而且为日常检测节省了时间,提高了工作效率。

参考文献

- [1] 陈金红,李兴中.螺虫乙酯高效液相色谱的分析方法[J].安徽华工,2015,41(4):95-99.
- [2] 吴泽伟,张志伟,朱刚,等.一种含有氯噻啉和螺虫乙酯的农药组合物:ZL,104186529[P].2014-12-10.
- [3] 王志敏,雷雨,陆雪芳.氯噻啉的高效液相色谱的分析[J].南通大学学报,2005,4(2):23-24.
- [4] 刘卫荣.22.4%螺虫乙酯·啶虫脒悬浮剂的高效液相色谱的分析[J].世界农药,2018,40(5):54-56.

(责任编辑:石凌波)

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