

王洋, 高贻轩, 侯志广, 等. 10%氟苯虫酰胺悬浮剂的高效液相色谱分析[J]. 农药, 2016, 55(6): 421-422.

10%氟苯虫酰胺悬浮剂的高效液相色谱分析

王洋, 高贻轩, 侯志广, 王鑫宏, 逯忠斌
(吉林农业大学资源与环境学院, 长春 130118)

摘要: [目的]建立高效液相色谱法测定氟苯虫酰胺悬浮剂中有效成分含量分析方法。[方法]采用C₁₈色谱柱,以甲醇-水(0.1%冰醋酸水溶液)为流动相,在波长235 nm进行测定。[结果]方法的线性相关系数为0.9992,平均回收率为102.31%,标准偏差为0.033,变异系数为0.33%。[结论]该方法操作简便,线性关系良好,具有较高的精密度和准确度,可以用于氟苯虫酰胺悬浮剂的产品质量检验。

关键词: 氟苯虫酰胺; 高效液相色谱; 分析

中图分类号: TQ450.7 **文献标志码:** A **文章编号:** 1006-0413(2016)06-0421-02

Analysis of Flubendiamide 10% SC by HPLC

WANG Yang, GAO Yi-xuan, HOU Zhi-guang, WANG Xin-hong, LU Zhong-bin
(College of Resource and Environmental Science, Jilin Agricultural University, Changchun 130118, China)

Abstract: [Aims] A HPLC method for determination of flubendiamide SC was established. [Methods] The chromatographic conditions were systematically investigated with C₁₈ column as the stationary phase, the mixture of methanol and acetic acid as the mobile phase at 235 nm. [Results] The linear correlation coefficient was 0.9992. The average recovery rate was 102.31%. In addition, the standard deviation was 0.033, the variation coefficient was 0.33%. [Conclusions] The method has the advantage of simple, good linear relationship, high precision and accuracy, which is suitable for quantitative analysis of flubendiamide SC.

Key words: flubendiamide; HPLC; analysis

氟苯虫酰胺(flubendiamide)是日本农药株式会社和拜耳公司联合开发的新型杀虫剂,作为新型邻苯二甲酰胺类杀虫剂,主要用于水果和蔬菜作物,对广谱鳞翅类昆虫,特别是在幼虫阶段的昆虫具有长效防控作用^[1-3]。目前对氟苯虫酰胺药效试验的报道居多^[4-6],仅见少量农残检测方法的报道,主要采用液相色谱法研究氟苯虫酰胺在甘蓝中残留的检测方法^[7],有效成分含量检测标准并未见公开报道。本文采用高效液相色谱法分析,外标法定量。方法具有操作简便、线性关系良好、精密度高和准确度高特点。

1 实验部分

1.1 仪器及试剂

高效液相色谱仪(Agilent 1200型),配紫外检测器。色谱柱:Thermo-ODS-2 Hypersil C₁₈ (5 μm, 250 mm × 4.6 mm)。0.22 μm孔径尼龙滤膜。

甲醇、乙腈(均为HPLC级);冰醋酸(分析纯);纯净水;0.1%冰醋酸水溶液(按体积分数配制)。氟苯虫酰胺标准

品(98.0%, Dr. Ehrenstorfer GmbH);10%氟苯虫酰胺悬浮剂(江苏龙灯化学有限公司)。

1.2 高效液相色谱条件

色谱柱:Thermo-ODS-2 Hypersil C₁₈ (5 μm, 250 mm × 4.6 mm);流动相:甲醇-水(0.1%冰醋酸水溶液),体积比70:30;检测波长:235 nm;柱温:30 ℃;流速:0.8 mL/min;进样量:10 μL;氟苯虫酰胺保留时间约9.2 min。

1.3 试验内容

1.3.1 标准样品溶液配制

称取氟苯虫酰胺标准品0.0102 g,置于10 mL容量瓶中,用乙腈溶解并稀释至刻度,摇匀,经超声波助溶10 min,配制成1000 mg/L标准母液,吸取1 mL置于10 mL容量瓶中,用乙腈溶解并稀释至刻度,摇匀,用0.22 μm滤膜过滤,备用。

1.3.2 试样溶液的配制

称取10%氟苯虫酰胺悬浮剂0.1011 g,置于10 mL容量瓶中,用乙腈-水(体积比4:6)溶解并稀释至刻度,摇匀,经超声波助溶10 min,吸取0.99 mL置于10 mL容量瓶中,用乙

收稿日期:2016-02-22,修返日期:2016-03-18

作者简介:王洋(1990—),女,吉林长春人,硕士研究生,主要从事农药残留分析与环境毒理研究。E-mail:dafeyang2009@126.com。

通讯作者:逯忠斌(1961—),男,黑龙江海伦人,教授,博士生导师,主要从事农药环境化学理论与应用研究。E-mail:luzong1979@aliyun.com。

睛溶解并稀释至刻度,摇匀,用0.22 μm滤膜过滤,备用。

1.3.3 测定

在上述液相色谱条件下,待仪器稳定后,对样品进行测定,并按外标法计算氟苯虫酰胺的含量。10%氟苯虫酰胺悬浮剂的高效液相色谱图见图1。

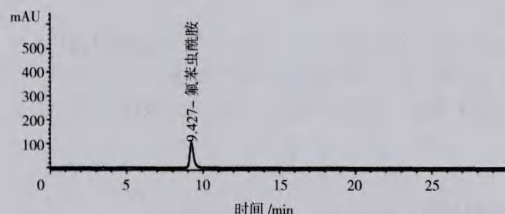


图1 10%氟苯虫酰胺悬浮剂的高效液相色谱图

2 结果与讨论

2.1 流动相比例的选择

采用Thermo-ODS-2 Hypersil C₁₈柱进行分析,以甲醇-水(0.1%冰醋酸水溶液)为流动相,用不同甲醇-水(0.1%冰醋酸水溶液)体积比(60:40, 70:30, 80:20)作为流动相进行测定。结果表明,当甲醇比例过小时,保留时间过长,影响下一个样品的测定,当甲醇比例过大时,保留时间过短,有杂质峰干扰,经反复试验,发现当甲醇-水(0.1%冰醋酸水溶液)体积比70:30时,目标峰与杂质能得到很好的分离,且保留时间适中。故本方法采用甲醇-水(0.1%冰醋酸水溶液)体积比70:30为流动相。

2.2 线性相关性测定

在确定的色谱分析条件下,配制一系列不同质量浓度的标准溶液进行测定。以氟苯虫酰胺的质量浓度为横坐标、其峰面积值为纵坐标作图,得线性回归方程 $y = 20.14x - 141.91$,相关系数 $r = 0.9992$ 。结果表明,氟苯虫酰胺在10~500 mg/L质量浓度范围内线性关系良好,具有较好的定量线性关系。

2.3 方法精密度测定

在确定的色谱分析条件下对10%氟苯虫酰胺悬浮剂进行平行测定6次,结果标准偏差为0.033,变异系数为0.33%,表明该方法的精密度较高(见表1)。

表1 方法精密度测定结果

编号	实测值 /%	平均值 /%	标准偏差	变异系数 /%
1	10.00	9.99	0.033	0.33
2	9.92			
3	9.98			
4	10.01			
5	10.00			
6	10.00			

2.4 方法准确度测定

为验证本方法的准确度,分别向一组质量分数均已

知的试样分别加入已知质量分数的氟苯虫酰胺标样,在确定的色谱分析条件下测定其峰面积,分析其含量。结果表明,氟苯虫酰胺的回收率在98.43%~104.34%之间,平均回收率为102.31%(见表2)。

表2 方法准确度测定结果

编号	添加后含量 /mg	实测量 /mg	回收率 /%	平均回收率 /%	RSD /%
1	21.65	21.50	99.31	102.31	2.63
2	20.94	21.74	103.82		
3	20.97	21.88	104.34		
4	22.36	22.01	98.43		
5	21.07	21.85	103.70		
6	21.02	21.92	104.28		

3 结论

本文建立了10%氟苯虫酰胺悬浮剂高效液相色谱分析方法。该方法操作简便,线性关系良好,具有较高的精密度和准确度,可以用于氟苯虫酰胺悬浮剂的产品质量检验。

参考文献:

- 李洋,李森,柴宝山,等.新型杀虫剂氟虫酰胺[J].农药,2006,45(10):697-699.
- 柴宝山,林丹,刘远雄,等.新型邻甲酰胺基苯甲酰胺类杀虫剂的研究进展[J].农药,2007,46(3):148-153.
- 柴宝山,杨吉春,刘长令.新型邻苯二甲酰胺类杀虫剂的研究进展[J].精细化工中间体,2007,37(1):1-8.
- 代建法.10%氟苯虫酰胺SC等药剂防治大葱田甜菜夜蛾药效试验[J].安徽农学通报,2014,20(1/2):88-89.
- 吴永祥,陆致平.20%氟苯虫酰胺水分散粒剂防治甘蓝害虫效果研究[J].现代农业科技,2010(17):172-173.
- 吕小云,陈湘源,李强,等.20%氟苯虫酰胺防治稻纵卷叶螟技术探讨[J].湖南农业科学,2009(10):75-76.
- 栾玉柱,顾继伟,李美玲.高效液相色谱法分析甘蓝中的氟苯虫酰胺残留[J].现代农药,2013(4):40-42,50.

责任编辑:李新

阿根廷大豆持续受洪涝灾害影响

阿根廷首都粮食交易中心报道,近期阿根廷多地发生洪涝灾害,导致该国7.5%的大豆种植地受损。4月份过多的降雨造成78.5万公顷大豆绝收,另有75万公顷严重受损。粮食交易中心估计2015/16种植季大豆总种植面积为2010万公顷。

但是最近的干旱天气促使种植户加紧大豆收获的步伐,上星期有17%的大豆完成收获,目前已经收获41%,而2015年同期已经收获68%。

最近的报道认为大豆产量可能下降200~300万吨。但是受到多地阴雨天气影响,粮食交易中心报道阿根廷大豆产量只能达到5600万吨,比最初估计值减少400万吨。阴雨天气还影响作物的品质,报道称20%~30%的大豆定为差品级。