

农药分析

7.5%甲氰菊酯·噻螨酮EC的高效液相色谱分析

李欧燕, 杨华

(深圳诺普信农化股份有限公司研究所, 广东 深圳 518102)

摘要:采用高效液相色谱方法,以甲醇-水(体积比80:20)为流动相,用紫外检测器于240 nm处,在200 mm × 4.6 mm (i.d.)Hypersil ODS不锈钢柱上同时测定甲·噻乳油中甲氰菊酯和噻螨酮的含量。在选定的色谱条件下,有效成分以及未知物能得到有效分离,并能获得较好的检测结果。测得甲氰菊酯、噻螨酮的相关系数为0.9995、0.9996,变异系数为1.49%和1.59%。

关键词:甲氰菊酯;噻螨酮;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(2008)02-0118-02

Determination of Hexythiazox and Fenpropathrin 7.5% EC by HPLC

LI Ou-yan, YANG Hua

(Shenzhen Noposion Agrochemicals Co., Ltd., Shenzhen 518102, Guangdong, China)

Abstract: The quantitative analysis of hexythiazox and fenpropathrin EC was instructed by reserve phase HPLC, with an 200 mm × 4.6 mm(i.d.) Hypersil ODS column and DAD detection at 240 nm. The mobile phase consisted of methyl alcohol and water at a ratio of 80:20 (by vol). The results showed that the liner correlation for hexythiazox and fenpropathrin were 0.9995 and 0.9996, the stardard deviation were 1.49% and 1.59%, respectively.

Key words: hexythiazox; fenpropathrin; HPLC

甲氰菊酯是一种拟除虫菊酯类杀虫剂,杀虫谱广、持效期长、对多种叶螨有良好效果;噻螨酮是一种新型杀螨剂,该药具有强烈的杀卵作用,同时又能防治幼螨和若螨,且持效期长^[1]。甲氰菊酯与噻螨酮混配,可以对螨类具有良好的防治效果,目前甲氰菊酯单剂的分析方法较为成熟,有气相色谱法^[2]和液相色谱法^[3],噻螨酮也有液相色谱法的报道^[4]。但两药混配制剂的分析方法尚未见报道。本文作者经过反复试验,确定了采用高效液相色谱法同时分离检测。该方法稳定、快速、操作简单、分离完全、结果重现性好,是一种较为实用的分析方法。

温:室温,检测波长:240 nm,进样体积:10 μL,保留时间:甲氰菊酯13.0 min、噻螨酮约9.9 min。

上述操作条件是典型的,可根据不同仪器特点,对给定的操作适当调整,以期获得最佳效果。典型的7.5%甲氰菊酯·噻螨酮乳油及标样的高效液相色谱图见图1、2。

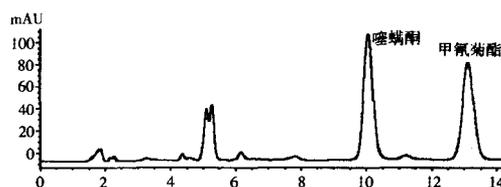


图1 甲氰菊酯·噻螨酮乳油样品的液相色谱图

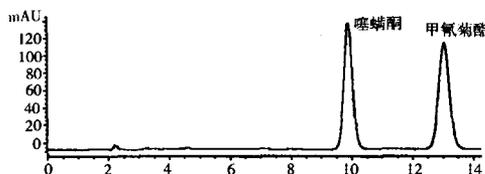


图2 甲氰菊酯和噻螨酮标样的液相色谱图

1 实验部分

1.1 试剂和溶液

水:新蒸二次蒸馏水;甲醇:色谱纯(Fisher Scientific);甲氰菊酯标样:99.6%,上海农药研究所提供;噻螨酮标样:99.3%,国家农药质检中心提供。

1.2 仪器

高效液相色谱仪:Ultimate3000(带二极管阵列检测器);色谱工作站;色谱柱:Hypersil ODS 5 μm, 200 mm × 4.6 mm (i.d.)不锈钢柱;过滤器:滤膜孔径0.45 μm;微量进样器:50 μL;样品定量环:10 μL;超声波清洗器。

1.3 高效液相色谱操作条件

流动相:甲醇-水(体积比80:20),流量:1.0 mL/min,柱

1.4 测定步骤

1.4.1 标样溶液的制备

称取噻螨酮标样0.05 g(精确至0.0002 g)、甲氰菊酯0.1 g

(精确至0.0002 g)置于50 mL容量瓶中,用甲醇溶解后定容至刻度,摇匀,用移液管准确移取该溶液5.00 mL至另一50 mL容量瓶中,用流动相定容至刻度,摇匀;用0.45 μm孔径滤膜过滤。

1.4.2 试样溶液的制备

称取试样0.2 g(精确至0.0002 g),置于50 mL容量瓶中,用甲醇溶解,流动相定容至刻度,摇匀;用0.45 μm孔径滤膜过滤。

1.4.3 测定

在上述操作条件下,待仪器稳定后,连续注入数针标样溶液,直至相邻两针甲氰菊酯、噻螨酮峰面积相对变化小于1.5%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。

1.4.4 计算

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中甲氰菊酯或噻螨酮的峰面积分别进行平均。试样中甲氰菊酯或噻螨酮的质量分数X(%)按下式进行计算:

$$X(\%) = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot P}{10 \cdot A_1 \cdot m_2}$$

式中: A_1 为标样溶液中甲氰菊酯(或噻螨酮)峰面积的平均值
 A_2 为试样溶液中甲氰菊酯(或噻螨酮)峰面积的平均值
 m_1 为标样的质量(g)
 m_2 为试样的质量(g)
 P 为标样中甲氰菊酯(或噻螨酮)的质量分数(%)
 10为标样溶液的稀释倍数

2 结果与讨论

2.1 吸收波长的确定

甲氰菊酯、噻螨酮在206~240 nm均有很大的吸收,噻螨酮的最大吸收波长是226 nm,甲氰菊酯的最大吸收波长是203.5 nm,考虑到溶剂及助剂对吸收的影响和样品中两组分的峰面积尽量接近,特选240 nm作为测定波长。

2.2 流动相的确定

根据化合物的特点及摸索测定,对甲醇和水、乙腈和

水按不同的比例在色谱柱上进行选择比较,经测定选择甲醇-水(体积比80:20)为理想的流动相。当流速控制在1.0 mL/min时,有效成分与杂质能很好地分离,峰形对称,基线平稳,保留时间短,工作效率高。

2.3 分析方法的线性相关性实验

取母液稀释并配制甲氰菊酯和噻螨酮的质量浓度分别为1015.677、451.226、113 mg/L和381.254、169.85、42 mg/L标样溶液,按本方法操作条件进样分析,得出相应的响应值。以甲氰菊酯、噻螨酮的质量浓度为横坐标,峰面积为纵坐标绘制标准曲线。甲氰菊酯、噻螨酮线性方程分别为 $y=2.77 \times 10^5 x + 2.90 \times 10^3$ 、 $y=5.01 \times 10^4 x + 1.12 \times 10^3$,其线性相关系数分别为0.9995、0.9996。

2.4 精密度、准确度测定

随机取一个样品,对甲氰菊酯和噻螨酮各平行测定5次,本方法对甲氰菊酯和噻螨酮5次平行测定的标准偏差分别为0.0795和0.0428,变异系数分别为1.49%和1.59%,其精密度可以满足对产品中甲氰菊酯和噻螨酮质量分数的分析。在定量的7.5%甲氰菊酯·噻螨酮EC中加入已知含量的甲氰菊酯和噻螨酮纯品,分别测定甲氰菊酯和噻螨酮的回收率,测得甲氰菊酯、噻螨酮的添加回收率分别为98.33%~100.10%、98.47%~100.28%。两成分回收率均满足要求。

2.5 结论

实验结果表明,该方法在同一条件下测定两种有效成分,其精密度较高,线性关系良好,具有简便、快速、准确、可靠及分离效果好的优点,是一种可行的分析方法。

参考文献:

- [1] 何建华, 乔传诗. 5%噻螨酮乳油防治棉叶螨试验[J]. 农药, 1994, 33(4): 54-55.
- [2] 许志辉. 20%甲氰菊酯乳油气相色谱分析[J]. 农药, 1993, 32(6): 33-34, 54.
- [3] 张颖梅, 陈惠麟, 于振远, 等. 高效液相色谱法定量测定新型杀虫剂—甲氰菊酯[J]. 色谱, 1990, 8(4): 257-259.
- [4] 杨建华. 哒·噻乳油活性成分的液相色谱分析研究[J]. 农药, 2000, 39(6): 23-24.

责任编辑:夏彩云

2008年安徽农药、药械需求预测分析

根据2007年农药械销售情况,结合2008年农作物病虫害发生趋势,初步分析2008年安徽省农药需求总量54 244.33吨,居全国第5位,总量比上年减少1486.02吨。手动喷雾器需求237 200台,机动喷雾器34 800台。农药需求量千吨以上的品种有13个,其中杀虫剂9个,除草剂2个,杀菌剂2个。

进口农药以除草剂为主。主要品种有高效盖草能、巨星、驃马、克无踪、农达、广灭灵、麦极、使它隆、杀毒矾、克露、爱苗、功夫、乐斯本,有机硅助剂等。国产农药品种仍能保持基本平衡。用量较大的农药仍然以常规品种为主。菊酯类杀虫剂需求增加。预计需求量3 133.5吨,比上年增加1 758.1吨。高效、低毒、低残留农药已成为各地首选的主导产品,而三唑磷需求比去年减少422吨。低毒、低残留有机磷杀虫剂需求量明显加大。杀菌剂、除草剂需求量上升。杀菌剂需求量较2007年增加10%以上,除草剂较上年增加14.59%。(ZP)