

灭幼脲和吡虫啉杀虫混剂的高效液相色谱分析

叶志强 初丽伟 钟 岩 范志先

(吉林农业大学测试中心, 长春 130118)

摘要 采用高效液相色谱法对灭幼脲和吡虫啉杀虫混剂进行了分析。以甲醇和水为流动相, μ Bandapak phenye 色谱柱为固定相, 在 254nm 下检测, 内标法定量分析。吡虫啉、灭幼脲线性相关系数分别为 0.9984、0.9998 变异系数分别为 0.45%、0.54%。

关键词 高效液相色谱 吡虫啉 灭幼脲 内标法

灭幼脲和吡虫啉可湿性粉剂是新近开发的一种杀虫混剂。由于其中的有效成分吡虫啉和灭幼脲的含量差异较大, 无法一次完成定量分析, 所以本实验在相同条件下, 以联苯为内标分别进行测定。

1 实验部分

1.1 试剂与溶液

甲醇 光谱纯

水 新制二次蒸馏水

二甲基甲酰胺 分析纯

流动相 甲醇+水(63+37)(V/V)经 0.45 μ m 孔径的滤膜过滤, 并在超声波浴槽中脱气 10min。

吡虫啉标样 已知含量 \geq 96.2%

灭幼脲标样 已知含量 \geq 97.5%

内标物 联苯(色谱纯)

内标溶液 称取 0.5g 联苯于 1000ml 容量瓶中, 用二甲基甲酰胺溶解并稀释至刻度, 摇匀。

1.2 仪器

高效液相色谱仪 具有可变波长紫外检测器

进样器 10 μ l

超声波清洗器

过滤器 滤膜孔径为 0.45 μ m

1.3 色谱操作条件

色谱柱 300mm \times 3.9mm 不锈钢(id)柱, 内装 μ Bandapak phenye 填充物, 粒径 10 μ m, 理论塔板数大于 3 万。

流动相 甲醇:水=63:37

流量 0.6ml/min

柱温 25 $^{\circ}$ C

检测波长 254nm

进样量 10 μ l

保留时间(min) 吡虫啉 7.30, 灭幼脲 21.00, 内标物联苯 18.00。

1.4 操作步骤

1.4.1 标样溶液的配制

称取 0.1g 吡虫啉标样和 0.1g 灭幼脲标样(精确至 0.0002g)置于同一个 100ml 容量瓶中, 加 90ml 内标溶液溶解。置此容量瓶于超声波浴槽中超声振荡 15min, 使其完全溶解。取出降至室温后, 用内标溶液定容, 摇匀。

1.4.2 试样溶液的配制

分别称取含吡虫啉 0.1g 或灭幼脲 0.1g 的试样(精确至 0.0002g), 置于 100ml 容量瓶中, 加 90ml 内标溶液溶解。置此容量瓶于超声波浴槽中超声振荡 15min, 使其有效成分溶解。取出降至室温后, 用内标溶液定容, 摇匀。取上清液过滤待测。

在上述操作条件下, 待仪器基线稳定后, 连续注入数针标准溶液, 直至相邻两针的吡虫啉或灭幼脲与内标物峰面积之比的相对偏差 \leq 0.5%, 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。

1.5 计算

将测得的两针试样溶液以及试样溶液前后两针标样溶液中吡虫啉或灭幼脲与内标物峰面积之比, 分别进行平均。

以质量百分数表示灭幼脲和吡虫啉杀虫混剂中的吡虫啉含量 X_1 或灭幼脲含量 X_2 , 按下式计算:

$$X_1 \text{ 或 } X_2 = \frac{\bar{r}_2 \times m_1 \times P}{\bar{r}_1 \times m_2}$$

式中: \bar{r}_1 —标样溶液中吡虫啉或灭幼脲与内标物峰面积比的平均值

\bar{r}_2 —试样溶液中吡虫啉或灭幼脲与内标物峰面积比的平均值

m_1 —吡虫啉或灭幼脲标样的质量(g)

m_2 —试样的质量(g)

P—标样中吡虫啉或灭幼脲的质量百分含量

2 结果与讨论

2.1 色谱条件的选择

采用二甲基甲酰胺可以使有效成分很好地溶解, 但对测定吡虫啉的含量有影响。C₁₈柱难以使溶

剂与吡虫啉分离,使用 phenye 基柱可以获得良好的分离效果。通过多次试验,选定 63% 的甲醇水溶液为流动相可使组分和杂质很好地分离,且时间短。

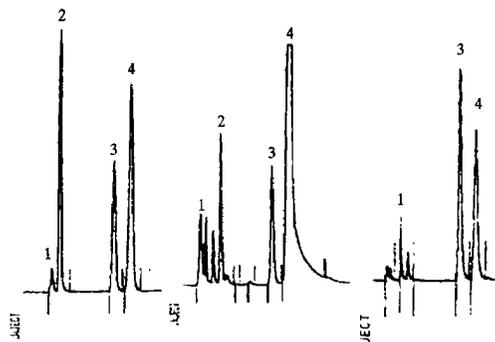


图 1 标准谱图 图 2 样品谱图 图 3 样品谱图

1. 溶剂 2. 吡虫啉 (测吡虫啉)
3. 内标 4. 灭幼脲 (测灭幼脲)

2.2 线性关系的实验

准确配制不同比例的标样液,用内标溶液定容。标液与内标物的浓度比分别为 2:5、4:5、2:1、14:5、4:1。以标液浓度与内标物浓度的比值($m_{\text{标}}/m_{\text{内}}$)为横坐标,以峰面积比值($A_{\text{标}}/A_{\text{内}}$)为纵坐标。分别作出吡虫啉和灭幼脲的标准曲线。

$$\text{吡虫啉回归方程: } y = 0.0332 + 0.3939x, \\ r = 0.9984$$

$$\text{灭幼脲回归方程: } y = -0.0097 + 0.4829x, \\ r = 0.9998$$

2.3 精密度试验

(上接第 18 页)

1500~3000 万元。

微乳剂是以水为介质的农药新剂型,水所占比例在 60% 以上,不使用甲苯、二甲苯等有毒、易燃的有机溶剂,因而对环境污染小,有显著的环境效益和社会效益^[4]。

参 考 文 献

- [1] 刘志俊. 农药剂型加工新进展. 农药, 1993, 32(2): 44~46
- [2] 凌世海. 农药剂型进展评述. 农药, 1998, 37(8): 6~9
- [3] 陈蔚林等. 8% 氰戊菊酯微乳剂的研究. 中国化工学会农药专业委员会第八届年会论文集, 1996, 431~433
- [4] 吴秀华等. 5% 高效氯氰菊酯微乳剂的研究. 农药, 1999, 38(1): 19~20
- [5] 王海文. 10% 氯氰菊酯微乳剂的研制. 农药, 1993, 32(5): 19
- [6] 王广远. 5% 缓释型高效氯氰菊酯微乳剂的研究. 农药, 37(12): 13~15
- [7] 李光伟等. 0.3% 阿维菌素微乳剂的研究. 农药, 38(7): 7~8

在工作状态下,取同一含量的样品,重复测定 8 次,计算出灭幼脲和吡虫啉的标准偏差分别为 0.1215、0.0113,变异系数分别为 0.54%、0.45%。

2.4 回收率试验

在已知含量的样本中,添加一定量的吡虫啉和灭幼脲标准品,在上述条件下分析测定,吡虫啉回收率 99.5%~101.3%,灭幼脲回收率 99.79%~100.6%。综上所述,灭幼脲和吡虫啉杀虫混剂在上述色谱条件下可以得到良好的分离,该方法有较高的准确度、精密度,且操作简便,是一种较为理想的分析方法。

参 考 文 献

- [1] 王萍等. 农药, 1995, 34(1): 28
- [2] 郑巍. 农药, 1997, 36(12): 18

Determination of Dichlorbenzuron and Imidacloprid In the Mixture by HPLC

Ye Zhiqiang et al.

(Jilin Agricultural University, Changchan 130118)

Abstract: A method for the determination of dichlorbenzuron and imidacloprid by HPLC on μ Bandapak phenye column and UV detector (254nm) was established. The mobile phase consists of methanol-water (63/37, V/V). Using internal standard method, the results showed that the linear correlation of imidacloprid and dichlorbenzuron were 0.9984 and 0.9998, coefficient of variation were 0.45% and 0.54% respectively.

Key words: HPLC, dichlorbenzuron, imidacloprid, internal standard method

- [8] 吴秀华等. 农药微乳液物理稳定性的探讨. 化学通报, 1999, (3): 36~38
- [9] 陈福良等. 农药微乳剂及其油点问题的探讨和初步研究. 农药, 1999, 38(3): 9~10
- [10] 束放. 1999 年全国农药需求动态. 农药科学与管理, 1999, 20(1): 39~40

Study on the Microemulsion of 10% Fenpropathrin

Chen Li

(Lab. of Insect Toxicology, South China Agri. Univ., Guangzhou 510642)

Abstract: In this paper, the composition and preparation of the microemulsions of pyrethroids, such as the microemulsion of 10% fenpropathrin was reported. The influence of temperature and water quality on the physical and chemical characteristics of the microemulsion of 10% fenpropathrin and its insecticidal activity were studied. The results showed that the preparation has the advantage of low cost, good effectiveness stable quality and sociological benefits.

Key words: microemulsion, pyrethroid, fenpropathrin.

收稿日期: 1999. 10. 6