

螺虫乙酯·联苯胼脂乳油高效液相色谱分析

李 宁, 郭天伟

(河北益海安格诺农化有限公司, 河北 藁城 052160)

HPLC Analysis Research of Spirotetramat Bifenazate EC

Li Ning, Guo Tianwei (Hebei Yihaiangenuo Agrochemical Co., Ltd., Gaocheng 052160, China)

Abstract: The essay use HPLC to analysis 36% Spirotetramat Bifenazate EC, use acetonitrile and acetic acid as mobile phase, Hypersil ODS2 C₁₈ 5 μ m as stainless steel pillar stuffed, UV wavelength detector, and wavelength detect as 240nm. The result shows this method standard deviation as 0.08、0.07, coefficient of variation as 0.33%、0.56%, average recovery rate as 99.60%、99.82%, linear correlation coefficient as 0.999 9、0.999 9.

Key words: spirotetramat; bifenazate; HPLC; analysis

摘 要: 本文采用高效液相色谱法, 以乙腈+磷酸溶液为流动相, 使用Hypersil ODS2 C₁₈ 5 μ m为填料的不锈钢柱和紫外波长检测器, 检测波长240nm, 对螺虫乙酯·联苯胼酯 36%乳油进行的定量分析。结果表明, 方法的标准偏差分别为0.08、0.07, 变异系数为0.33%、0.56%, 平均回收率为99.60%、99.82%, 线性相关系数为0.999 9、0.999 9。

关键词: 螺虫乙酯; 联苯胼酯; 高效液相色谱; 分析

中图分类号: S482.3; S482.5+2; O657.7+2 文献标识码: A 文章编号: 1002-5480 (2015)10-39-03

1 前言

螺虫乙酯是迄今具有双向内吸传导性能的现代杀虫剂之一, 螺虫乙酯高效广谱, 可有效防治各种刺吸式口器害虫, 这种独特的内吸性能可以保护新生茎、叶和根部, 防止害虫的卵和幼虫生长。其另一个特点是持效期长, 可提供长达8周的有效防治。联苯胼酯是一种新型选

择性叶面喷雾用杀螨剂, 其对螨的各个生活阶段有效, 螺虫乙酯与联苯胼酯复配具有杀虫杀螨双重作用, 且持效期长, 目前螺虫乙酯·联苯胼酯乳油具体的分析方法未见公开报道。本文采用高效液相色谱法对该制剂中的螺虫乙酯·联苯胼酯进行了定量分析。该方法操作简单、快速、准确, 可以为企业生产过程质量和质检机

收稿日期: 2015-08-11

作者简介: 李宁, 女, 工程师, 高级分析工, 主要从事质量管理与分析工作。联系电话: 13784028861; E-mail: liling010322@163.com。

构质量检测提供参考。

2 试验部分

2.1 试剂与仪器 乙腈：色谱级；水：新蒸二次蒸馏水；磷酸：分析纯；磷酸溶液：H₂O:H₃PO₄=1 000:1 (V/V)；螺虫乙酯标样：已知质量分数99.0% (国家农药质量监督检验中心)；联苯胼脂标样：已知质量分数99.0% (国家农药质量监督检验中心)；螺虫乙酯24%+联苯胼脂12%乳油样品 (某公司提供)；仪器：岛津LC-20AT高效液相色谱仪；具有可变波长紫外检测器；5 μ L定量环，手动进样器，色谱柱：Hypersil ODS2 C₁₈ 5 μ m 250mm \times 4.6mm (i.d.) 不锈钢柱；隔膜真空泵，过滤器：滤膜孔径约0.45 μ m。

2.2 流动色谱操作条件 流动相：乙腈:磷酸溶液=48:52 (V/V)；流量：1.0mL/min；柱温：30 $^{\circ}$ C；检测波长：240nm；进样体积：5.0 μ L；保留时间：螺虫乙酯7.4min；联苯胼脂 10.7min。

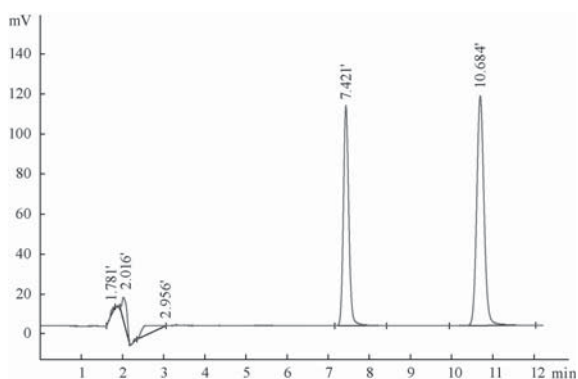


图1 螺虫乙酯·联苯胼脂 36%乳油HPLC谱图

2.3 测定步骤

2.3.1 标样溶液的配制 称取螺虫乙酯标准品约0.05g (精确至0.000 2g)、联苯胼酯标准品

0.05g (精确至0.000 2g)，于50mL容量瓶中，加入乙腈溶解定容，摇匀后准确吸取5mL于另一50mL容量瓶中，用乙腈定容后摇匀。

2.3.2 试样溶液的配制 称含螺虫乙酯、联苯胼脂的试样0.05g (精确至0.000 2g)的试样于50mL容量瓶中，加入乙腈溶解定容，摇匀后准确吸取5mL于另一50mL容量瓶中，用乙腈溶解并稀释至刻度，摇匀后待测。

2.3.3 测定 在上述操作条件下，待仪器稳定后，注入数针标样溶液，直至相邻两针标样溶液峰面积相对变化<1.5%后按下列顺序进行分析：标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液。

2.3.4 结果计算 将测得的2针试样溶液及试样前后2针标样溶液中螺虫乙酯 (或联苯胼脂) 的峰面积分别进行平均，试样中螺虫乙酯 (或联苯胼脂) 的质量分数X (%)按下式计算：

$$X = \frac{A_1 \times m_2 \times P}{A_2 \times m_1}$$

式中：A₁—2针试样溶液中螺虫乙酯 (或联苯胼脂) 峰面积的平均值；

A₂—2针标样溶液中螺虫乙酯 (或联苯胼脂) 峰面积的平均值；

m₁—试样的质量，单位为克，g；

m₂—标样的质量，单位为克，g；

P—标样中螺虫乙酯 (或联苯胼脂) 的质量百分含量，单位为百分数，%。

3 结果与讨论

3.1 分析方法精密度实验 采用上述方法对螺虫乙酯·联苯胼脂36%乳油的同一个样品平行测定5次所得结果 (表1)。

表1 分析方法精密度试验结果

编号	1	2	3	4	5	平均值 (%)	标准偏差	变异系数 (%)
螺虫乙酯	24.03	24.22	24.18	24.05	24.10	24.12	0.08	0.33
联苯胼酯	12.11	12.02	12.08	12.06	12.20	12.09	0.07	0.56

3.2 分析方法准确度实验 在已知含量的样品 品,在上述操作条件下进行分析,测定添加回
中加入不同量的螺虫乙酯(或联苯胼脂)标准 收率,结果(表2)。

表2 分析方法准确度试验结果

名称	序号	加入量 (mg)	测定量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)
螺虫乙酯	1	12.05	11.94	99.09	99.60
	2	24.10	23.97	99.46	
	3	36.15	35.99	99.56	
	4	48.20	48.12	99.83	
	5	60.25	60.29	100.07	
联苯胼酯	1	6.02	6.04	100.33	99.82
	2	12.04	11.98	99.50	
	3	18.06	17.98	99.56	
	4	24.08	24.13	100.21	
	5	30.10	29.95	99.50	

3.3 分析方法线性相关性试验 分别称螺虫乙 解并稀释至刻度,摇匀。在上述色谱操作条件下
酯、联苯胼酯的标准品0.050 2、0.050 2g(精确 进行分析,测定浓度与峰面积的相关性。螺虫
至0.000 2g),置于50mL容量瓶中,用乙腈溶解 乙酯线性方程 $Y_{螺}=3.65 \times 10^6 X + 36$,其线性相关
并稀释至刻度,摇匀。移取此溶液5、10、15、 系数 $R_{螺}=0.999 9$;联苯胼酯酯线性方程 $Y_{联}=7.99 \times$
20、25mL,分别置于50mL容量瓶中,用乙腈溶 $10^6 X + 90$,其线性相关系数 $R_{联}=0.999 9$ (表3)。

表3 分析方法线性相关性试验结果

螺虫乙酯浓度 (mg/mL)	0.101 6	0.203 2	0.304 9	0.406 5	0.508 0
联苯胼酯浓度 (mg/mL)	0.050 2	0.100 4	0.150 5	0.200 8	0.251 0
螺虫乙酯面积 ($\times 10^6$)	0.371 1	0.742 3	1.113 3	1.484 5	1.855 6
联苯胼酯面积 ($\times 10^6$)	0.401 2	0.802 4	1.203 5	1.604 9	2.006 1

4 结论

上述试验结果表明,本方法检测螺虫乙酯· 联苯胼酯乳油有较高的准确度和精密度,线性

关系良好,具有简便、快速、准确及分离效果 好的优点,是一种可行的分析方法。