

潘虹,顾爱国,孙长恩,等. 22% 高效氯氟氰菊酯·噻虫嗪微囊悬浮-悬浮剂的高效液相色谱分析方法[J]. 江苏农业科学,2015,43(8):302-303.
doi:10.15889/j.issn.1002-1302.2015.08.100

22% 高效氯氟氰菊酯·噻虫嗪微囊悬浮-悬浮剂的高效液相色谱分析方法

潘虹,顾爱国,孙长恩,武中平

(国家农药产品质量监督检验中心,江苏南京 210007)

摘要:采用 Athena C₈ 柱和二极管阵列检测器,以乙腈-0.3% 冰乙酸水溶液为流动相,用外标法对有效成分进行分析定量,建立同时测定高效氯氟氰菊酯·噻虫嗪微囊悬浮-悬浮剂中高效氯氟氰菊酯及噻虫嗪含量的高效液相色谱分析方法。该方法分离效果好、准确度高、重现性好且操作简单、快速,标准偏差分别为噻虫嗪 0.059、高效氯氟氰菊酯 0.036, *RSD* 分别为 0.48% 和 0.38%;在 100~500 mg/L 浓度范围内线性关系良好(噻虫嗪 $r=0.9997$,高效氯氟氰菊酯 $r=0.9998$);平均回收率分别为 99.74% 和 99.68%。

关键词:高效氯氟氰菊酯;噻虫嗪;高效液相色谱;分析

中图分类号:0657.7⁺2 **文献标志码:**A **文章编号:**1002-1302(2015)08-0302-02

高效氯氟氰菊酯·噻虫嗪微囊悬浮-悬浮剂属一种新型内吸性复配杀虫剂,作用速度快、持效期长,具有更高的活性、更好的安全性和更广的杀虫谱^[1-3]。但有关高效氯氟氰菊酯·噻虫嗪复配制剂的高效液相色谱分析方法,目前未见报道。本研究建立使用 Athena C₈ 柱和二极管阵列检测器,以乙腈-0.3% 冰乙酸水溶液为流动相的液相色谱分析方法,对有效成分定量分析。该方法简便快捷,具有较好的准确度和精密度,是有效监督控制高效氯氟氰菊酯·噻虫嗪制剂含量的检测方法。

1 材料与方法

1.1 仪器和试剂

Agilent 1200 高效液相色谱仪,具二极管阵列检测器和全自动进样器、色谱工作站;乙腈为色谱纯;Millipore 超纯水制备系统;高效氯氟氰菊酯标准品(纯度 99.4%,国家农药质检中心)、噻虫嗪标准品(纯度 99.0%,国家农药质检中心);22% 高效氯氟氰菊酯·噻虫嗪微囊悬浮-悬浮剂试样。

1.2 色谱条件

Athena C₈ 不锈钢柱;250 mm × 4.6 mm (i.d.),检测波长 230 nm,流动相为乙腈:0.3% 冰乙酸水溶液=85:15(体积比),流速 1.0 mL/min,进样量 5 μL,柱温 25℃。保留时间:噻虫嗪约 3.0 min,高效氯氟氰菊酯约 7.9 min。典型液相色谱分离图见图 1、图 2。

1.3 分析步骤

1.3.1 标样溶液的配制 准确称取噻虫嗪标样约 0.050 g 和高效氯氟氰菊酯标样约 0.060 g (精确至 0.000 2)于 50 mL 容量瓶中,用乙腈溶解并定容,摇匀后备用。精确吸取上述配制的标准溶液 2 mL,置于 10 mL 容量瓶中,用乙腈定容,经 0.45 μm 微孔滤膜过滤后备用。

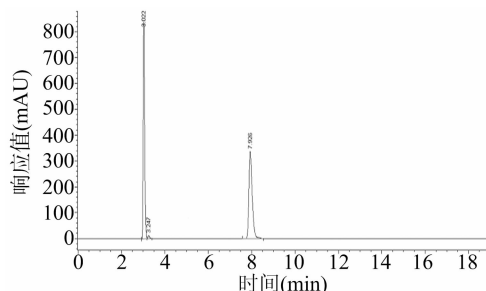


图1 高效氯氟氰菊酯噻虫嗪标样液相色谱图

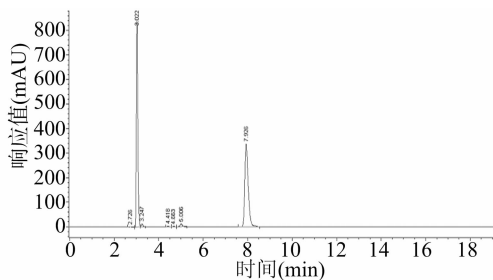


图2 22%高效氯氟氰菊酯噻虫嗪微囊悬浮-悬浮剂液相色谱图

1.3.2 试样溶液的配制 准确称取约 0.33 g 的试样(精确至 0.000 2),将试样置于 50 mL 容量瓶中,用乙腈溶解并定容,摇匀后离心,取上清液 2 mL,置于 10 mL 容量瓶中,用乙腈定容,经 0.45 μm 微孔滤膜过滤后备用。

1.3.3 测定 在上述色谱条件下,待仪器基线稳定后,连续注入数针标样溶液,直至相邻两针的响应值相对变化 <1.5% 时,按标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

1.3.4 计算 将测得的两针试样溶液及试样前后两针标样溶液中的噻虫嗪(高效氯氟氰菊酯)峰面积分别进行平均。试样中噻虫嗪(高效氯氟氰菊酯)的质量分数 X_i (%)按下式进行计算:

$$X_i = \frac{A_2 \times m_1 \times w}{A_1 \times m_2} \times 100\%。$$

收稿日期:2014-07-24

作者简介:潘虹(1981—),女,江苏徐州人,硕士,工程师,主要从事农药分析研究。E-mail:panhongjszj@163.com。

式中: A_1 为标准溶液中噻虫嗪(高效氯氟氰菊酯)峰面积平均值; A_2 为试样溶液中噻虫嗪(高效氯氟氰菊酯)峰面积平均值; m_1 为标样溶液中噻虫嗪(高效氯氟氰菊酯)的质量,g; m_2 为试样的质量,g; w 为标样中噻虫嗪(高效氯氟氰菊酯)的质量分数,%。

2 结果与分析

2.1 色谱分离条件的选择

2.1.1 检测波长的选择 由于复配制剂中成分较复杂,且性质差别较大,试验采用混配标样,利用色谱工作站数据采集系统,采集波长 190~400 nm 的各组分紫外光谱吸收曲线。由于既要避开低波长时溶剂吸收的干扰,又要兼顾复配制剂各组分的有效分离及数据的稳定性,因此经过探索试验,最终确定以 230 nm 作为检测波长。

2.1.2 流动相的选择 试验选择 250 mm×4.6 mm(i.d) Athena C₈ 不锈钢柱,采用不同比例的甲醇-水和乙腈-水作为流动相,结果均未能有效分离各组分。分析各组分理化性质,发现在弱酸溶液中被测组分为稳定状态,经过反复试验,最终确定采用冰乙酸作为减尾剂,实现了各组分的有效分离,排除了其他组分的干扰,且保留时间适中,是较为理想的分析高效氯氟氰菊酯·噻虫嗪复配制剂的分析方法。试验中确立的最优化流动相体系为乙腈:0.3% 冰乙酸水溶液=85:15(V/V),流速 1.0 mL/min。

2.2 线性相关性试验

在确定的色谱分离条件下,配制一系列不同质量浓度的标准溶液进行测定。以噻虫嗪(高效氯氟氰菊酯)的质量浓度为横坐标,其峰面积值为纵坐标作图(图 3、图 4),得线性回归方程和相关系数:噻虫嗪为 $y=9.8694x+6.8452$, $r=$

0.9997;高效氯氟氰菊酯为 $y=10.101x+73.141$, $r=0.9998$ 。结果表明,噻虫嗪和高效氯氟氰菊酯在 100~500 mg/L 浓度范围内线性关系良好,具有较好的定量线性关系。

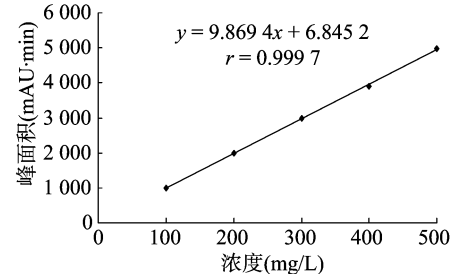


图3 噻虫嗪线性曲线

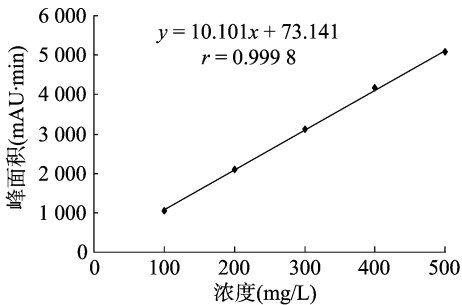


图4 高效氯氟氰菊酯线性曲线

2.3 方法的精密度试验

采用 3 个不同批次的噻虫嗪和高效氯氟氰菊酯微囊悬浮-悬浮剂,进行多次重复测定考察了定量分析方法的精密度。试验结果(表 1)表明,噻虫嗪、高效氯氟氰菊酯定量结果变异系数分别为 0.48%、0.38%,满足样品定量分析要求。

表 1 噻虫嗪和高效氯氟氰菊酯微囊悬浮-悬浮剂精密度试验结果

样品名称	试样批次	含量(%)						RSD (%)
		1	2	3	4	5	平均值	
噻虫嗪	1	12.54	12.46	12.42	12.49	12.57	12.50	0.48
	2	12.38	12.46	12.49	12.54	12.43	12.46	
	3	12.44	12.53	12.46	12.50	12.38	12.46	
高效氯氟氰菊酯	1	9.58	9.62	9.67	9.65	9.66	9.64	0.38
	2	9.52	9.56	9.59	9.62	9.57	9.57	
	3	9.55	9.65	9.61	9.62	9.60	9.61	

2.4 方法的准确度试验

在已知噻虫嗪和高效氯氟氰菊酯含量的微囊悬浮-悬浮剂中,各添加了 4 个不同浓度的标准溶液进行添加回收率试验。试验结果(表 2)表明,噻虫嗪添加回收率在 99.60%~100.07%之间,平均回收率为 99.74%,高效氯氟氰菊酯的添加回收率在 99.45%~100.04%之间,平均回收率为 99.68%,方法准确度较高,满足定量分析要求。

表 2 噻虫嗪和高效氯氟氰菊酯微囊悬浮-悬浮剂回收率试验结果

序号	添加后质量(mg)		实测量(mg)		回收率(%)	
	噻虫嗪	高效氯氟氰菊酯	噻虫嗪	高效氯氟氰菊酯	噻虫嗪	高效氯氟氰菊酯
1	2.512	2.930	2.502	2.914	99.60	99.45
2	3.022	3.463	3.012	3.448	99.67	99.57
3	3.545	3.994	3.532	3.980	99.63	99.65
4	4.067	4.489	4.070	4.491	100.07	100.04
平均					99.74	99.68

3 结论

综上所述,本研究建立的高效液相色谱方法操作简便,具有良好的线性关系,精密性与准确度完全满足分析检验要求,可快速高效分离、测定噻虫嗪·高效氯氟氰菊酯,应用于质检机构与生产企业对噻虫嗪·高效氯氟氰菊酯复配制剂的质量监督与控制。

参考文献:

[1] 孙长恩,洪 华,潘 虹,等. 化学杀虫剂中 9 种拟除虫菊酯检测方法[J]. 江苏农业科学,2014,42(4):273-275.
[2] 陈玲珑,陈九星,马 铭,等. 气相色谱法测定茶叶及土壤中的高效氯氟氰菊酯残留量[J]. 色谱,2010,28(8):817-820.
[3] 李 岩,于 荣,吴进龙,等. 氯苯·高氯氟 150 g/L 微囊悬浮-悬浮剂液相色谱分析方法研究[J]. 农药科学与管理,2009,30(8):38-41.