

用高效液相色谱法测定农药制剂中的烟碱

毕富春

(南开大学元素有机化学研究所, 天津 300071)

摘要 研究用HPLC定量分析烟碱的方法。色谱条件如下: 20cm X 5mm不锈钢柱, 内填YWG-C18, 粒径 $10\mu\text{m}$; 流动相 甲醇+水+三乙胺=60+40+0.1(V/V); 流速 1.0 ml/min; 紫外检测器波长 254 nm。本方法在 $1\mu\text{g}$ ~ $16\mu\text{g}$ 进样范围内和峰面积呈线性。相关系数值(r)为0.998。烟碱分析的回收率为98%~101%之间, 变异系数为1.47%。

关键词 烟碱, 定量分析, 高效液相色谱法

中图分类号: O657.7 文献标识码: A 文章编号: 1006-0413(2004)01-038-02

HPLC Determination of Nicotine in Pesticide Formulations

BI Fu-Chun

(Institute of Elemental Organic Chemistry, Nankai University, Tianjin 300071, China)

Abstract: An HPLC method for quantitative nicotine analysis using a 200 x 5 mm stainless steel column packed with $10\mu\text{m}$ YWG-C18, a mobile phase of 60% methanol (V/V), a flowrate of 1.0 ml/min and a $10\mu\text{m}$ UV detector wavelength of 254 nm. Sample input and peak area were linear and reproducible over the range of 1 to 16 μg . Fitting these data to a straight line using a least-squares model yielded an r (correlation coefficient) of 0.998. Recovery of nicotine ranged from 98% to 101%, with a coefficient of variation of 1.47%.

Key words: nicotine, quantitative analysis, HPLC

随着化学农药污染的加剧, 植物、微生物农药重新又受到人们的重视。据不完全统计, 烟碱或其复合制剂我国就有14家工厂生产^[1]。烟碱的分析方法一般多用紫外分光光度法^[2], 高效液相色谱法用于农药制剂中烟碱的分析却很少^[3-4]。将HPLC法用于烟碱杀虫剂的分析, 对烟碱制剂质量控制会有很大的提高。作者用国产高效液相色谱仪、色谱柱对烟碱分析方法进行研究, 结果表明, 本方法可以对烟碱原药、制剂和烟碱初提物进行定量分析。

1 试验部分

1.1 仪器和试剂

仪器: KLC 321型高效液相色谱仪(中国科学院上海原子核所科学仪器厂); HP 3392A积分仪(美国HP公司)。

试剂: 烟碱含量98%(德国进口)。甲醇, 分析醇。蒸馏水。

1.2 色谱条件

色谱柱: 20cm X 5mm 不锈钢柱, 内填YWG-C18, 粒径 $10\mu\text{m}$ (天津化学试剂二厂)。检测波长: 254nm。柱温: 室温。流动相: 甲醇+水+三乙胺=60+40+0.1(V/V)。流速: 1.0ml/min。量程: 0.04 AUFS。进样量: $20\mu\text{l}$ 。在上述色谱条件下, 烟碱保留时间约为6min。

2 测定步骤

2.1 标准曲线溶液的配制

称烟碱标准品0.05g(精确至0.0002g), 置于50ml容量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 此溶液为A液。从A液中分别吸取8ml、6ml、4ml、2ml、1ml、0.5ml溶液, 于6个10ml容量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 则浓度依次成为0.8mg/ml、0.6mg/ml、0.4mg/ml、0.2mg/ml、0.1mg/ml、0.05mg/ml的烟碱溶液。

2.2 标样溶液的配制

称取0.05g(精确至0.0002g)烟碱标样, 置于50ml容量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 此溶液为B液。从B液中吸取5ml溶液, 于10ml容量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 即为烟碱的标样溶液。

2.3 样品溶液的配制

称取含有0.05g(精确至0.0002g)烟碱原药, 按上述方法配成样品溶液; 乳油则直接称取含有0.005g(精确至0.0002g)的烟碱制剂(应不小于50mg), 于10ml容量瓶中, 充分振摇后, 用甲醇稀释至刻度。

2.4 烟叶粗提物的配制

将新鲜烟叶称重, 用粉碎机初步粉碎、研磨, 加入约1.5倍质量的水, 振荡10min后, 转移到25ml容量瓶中, 用水稀释至刻度, 再次振荡提取。将溶液用 $0.45\mu\text{m}$ 薄膜过滤后进样分析。

收稿日期: 2003-05-24

作者简介: 毕富春(1945-), 男, 高级工程师, 从事农药生物测定和农药分析研究工作。电话: 022-23503412 E-mail: fuchunbi@public.tpt.tj.cn

3 结果分析

3.1 烟碱线性相关性的测定

通过对不同进样质量和峰面积的数据资料,以进样的质量为横坐标,以峰面积为纵坐标,得出一直线回归式: $y=0.106+0.170x$, 相关系数 r 为 0.998。说明烟碱进样质量在 $1.0\sim 18\mu\text{g}$ 的范围内和峰面积是呈

线性的,各点基本在一条直线上。进样质量最低的和最高的比为 18 倍,在分析时,应该取进样质量的中间浓度为宜。

3.2 烟碱分析的准确度和精密度

用标准加入量法,进行烟碱含量测定,实测的含量与加入的含量十分接近,回收率一般在 98%~101% 之间,平均回收率 99.7%,说明分析方法是可信

的。通过多次对同一低含量乳油样品的分析,结果表明,变异系数为 1.47%,一般小于 5%。对高含量烟碱原药分析的变异系数,一般均小于 2%。

4 讨论

4.1 烟碱分析最佳紫外波长为 262nm,有条件应优先选用此波长。本分析使用仪器为国产的,易于中小型企业采用,其成本仅为 3 万元左右,和气相色谱仪的价格相当。

4.2 鲜烟叶中烟碱含量约为 1% 左右。用此方法可以粗略测定用水提取的烟碱含量,方法简单易行。

4.3 如用硫酸烟碱配制成的烟碱制剂,在分析定量时应加一定量的碱(氨水)充分振荡后,再进样分析。

参考文献

- [1] 张敏恒主编. 农药商品手册 99 年新版 [M]. 沈阳: 沈阳出版社, 1999. 8~12
- [2] 王惠, 高蓉, 陈安良, 等. 乳油制剂中烟碱快速分析方法研究 [J]. 西北农业大学学报, 1997, 25(6): 75~78
- [3] 姚宇澄, 林明丽. 测定烟碱含量的系列分析方法研究 [J]. 农药, 1996, 35(8): 30~32
- [4] 黄注传, 朱子高, 罗家基, 等. 用 HPLC 法测定卷烟总颗粒物及烟碱盐中的烟碱含量 [J]. 烟草科技, 1997, 4: 29~30

(责任编辑:夏彩云)

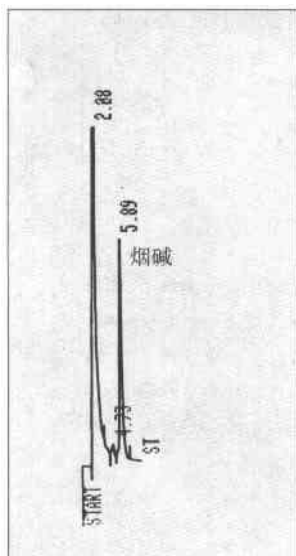


图 1 烟碱乳油 HPLC 色谱图

2003 年二季度 Amvac 公司农药销售增长

由于土壤施用玉米杀虫剂销售的强劲增长,使 Amvac (American Vanguard) 二期销售增长 27.2%, 为 2590 万美元。今年公司的密闭系统 SmartBox 施药器销售量翻番, 公司通过 SmartBox 销售 Fortress (地虫磷 chlorethoxyfos) 和 Aztec (啉丙磷+氟氯氰菊酯 tebupirimfos+cyfluthrin)。

使二季度销售增长的其它产品有蔬菜除草剂 Dacthal (敌草索, 氯酞酸 chlorthal-diethyl), 杀蚊剂 Dibrom (二溴磷) 和家用的含敌敌畏杀虫剂。2 月从 Pace International 购买的 Deadline (蜗牛敌) 等产品也使销售增加。

二期营业费用增加 27.1%, 为

960 万美元。增加费用的 50% 是由于销售费用增加, 30% 是由于法规费用和产品开发费用的增加。毛利增幅相对平坦, 在 46%。

Amvac 最近开始在阿拉巴马 Axis 的工厂制造拟除虫菊酯联苯菊

酯 (bifenthrin)。6 月, 公司已得到 EPA 批准销售原药, 预计在今后 6~12 个月内获准销售最终使用的产品。估计联苯菊酯全球市场约 1.5 亿美元, 其中美国约 1 亿美元。主要生产厂家是 FMC, 商品名为 Capture。

2003 年上半年 Amvac 的经营情况 (千美元)

项目	二期			上半年		
	2002	03/02, %	2003	2002	03/02, %	2003
销售	20397.0	+27.2	25944.0	39415.0	+35.2	53286.0
营业费	7533.0	+27.1	9574.0	13763.0	+37.1	18865.0
营业收入	1822.0	+30.6	2379.0	3298.0	+35.1	4456.0
净利润	1125.0	+53.3	1725.0	1924.0	+53.3	2949.0