

15% 福美双·吡虫啉·烯唑醇悬浮种衣剂的 RP-HPLC 分析

黄永忠, 魏 东, 杨彩玲

(兰州大学 化学化工学院, 兰州 730000)

摘要 采用反相高效液相色谱法(RP-HPLC) ,使用 YWG C₁₈ 柱和二极阵列检测器,以甲醇-水为流动相,检测波长 260 nm,用外标法测定了福美双·吡虫啉·烯唑醇悬浮种衣剂中 3 种成分的含量。结果表明,该方法的标准偏差为 $7 \times 10^{-5} \sim 9 \times 10^{-4}$,变异系数为 1.00%~3.05%,平均回收率分别为 96.15%~102.00%、100.00%~105.92%、97.05%~102.92%。该法操作简单快速,定量准确可靠,适用于产品的常规分析和质控研究。

关键词 福美双;吡虫啉;烯唑醇;反相高效液相色谱

中图分类号: TQ450.7 文献标志码: A 文章编号: 1006-0413(2008)02-0114-02

Analysis of Thiram, Imidacloprid and Diniconazole by RP-HPLC

HUANG Yong-zhong, WEI Dong, YANG Cai-ling

(Department of Chemistry, Lanzhou University, Lanzhou 730000, China)

Abstract: A sensitive HPLC method for the simultaneous determination of diniconazole, thiram and imidacloprid from the mixture was developed. YWG C₁₈ column saved as solid phase and CH₃OH-H₂O as mobile phase. Detection wavelength was set at 260 nm and quantitative analyzing was performed with an external standard method. The results showed that the standard derivation for three agramen icals was $7.0 \times 10^{-5} \sim 9.0 \times 10^{-4}$, coefficient of variation was 1.00-3.05%, and average recovery was 96.15-102.00%, 100.00-105.92%, 97.05-102.92%, respectively. The method was useful for conventional analysis and quality control research, being rapid and simple to conduct with good accuracy and reliability.

Key words: thiram; imidacloprid; diniconazole; RP-HPLC

福美双、吡虫啉、烯唑醇作为广谱杀虫剂,已广泛应用于农业生产中^[1],但由于单一农药抗药性方面的缺点,混合农药的开发已成必然。目前,含有这 3 种成分的种衣剂已经推向市场^[2]。关于这 3 种成分分析的液相色谱法报道很多,但都限于单个成分或两种混合成分的分析^[3-6],而同时分析这 3 种成分的报道在国内还未见到。本文采用反相高效液相色谱法,首次建立福美双、吡虫啉、烯唑醇混合试样中 3 种成分同时测定的方法,避免正相色谱法带来的试剂昂贵、毒性大的缺点,并利用梯度洗脱模式达到节省时间的目的,该法准确性和重复性好,简便易操作,利于推广。

1 实验部分

1.1 仪器及试剂

1.1.1 仪器

美国 VARIAN 公司 210 型高效液相色谱仪,二极管阵列检测器, VARIAN 210 型高压泵, VARIAN 色谱工作站。

1.1.2 试剂

福美双、吡虫啉、烯唑醇标准品(纯度均高于 98%,甘肃省农药化肥产品质量监督检验站); 15% 福美双·吡虫啉·烯唑醇悬浮种衣剂(武威甘鑫种业有限公司); 无水甲醇(分析纯, $0.45 \mu\text{m}$ 膜过滤,天津化学试剂有限公司); 超纯水由 MilliQ 超纯水制备仪(Millipore Bedford MA,

USA) 制取。

1.2 色谱条件

色谱柱: YWG C₁₈ (4.6 mm × 250 mm) 柱; 流动相: 甲醇-水(体积比) 0~3 min 为 60:40, 7~15 min 为 98:2, 35~45 min 为 60:40; 柱温为室温; 检测波长 260 nm; 流速 0.7 mL/min; 进样量 20 μL 。

1.3 操作步骤

1.3.1 标准溶液的配制

准确称取福美双 3.9 mg、吡虫啉 4.8 mg、烯唑醇 7.8 mg (均精确至 0.0002 g) 分别置于 25 mL 容量瓶中加甲醇 20 mL, 超声溶解, 冷至室温后用甲醇定容, 作为储备液待用。再按质量比 5:2:5 的比例移取上述质量浓度的 3 种标准液混合, 使混合后 3 种物质的质量浓度分别为 0.065、0.032、0.13 g/L, 作为标准混合液待用。

1.3.2 标准曲线系列溶液的配制

通过用甲醇稀释上述标准混合液, 配制一系列标准曲线溶液, 使 3 种物质的质量浓度分别为福美双 0.065、0.032 5、0.026 7、0.009 29、0.006 5、0.004 33 g/L; 吡虫啉 0.032、0.016、0.010 7、0.004 57、0.003 2、0.002 13 g/L; 烯唑醇 0.130、0.065、0.043 3、0.018 6、0.013、0.008 67 g/L。

收稿日期 2007-05-30, 修返日期 2007-07-30

作者简介 黄永忠(1955-) 男, 甘肃兰州人, 工程师, 主要从事色谱分离工作。Tel: 0931-3905306, E-mail: huangyongzhong12@163.com。

1.3.3 样品溶液的配制

准确称取87.9 mg(相当于100 μL)15%福美双·吡虫啉·烯唑醇悬浮种衣剂(精确至0.0002 g)置于25 mL容量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度。移取此溶液1.0 mL于10 mL容量瓶中并用甲醇稀释至刻度,摇匀备用。

1.3.4 测定

在上述色谱条件下,待仪器基线稳定以后,连续注入数针标准溶液,直至相邻两针峰面积相对变化小于误差允许后,进行样品测定。将3次重复所得峰面积平均值代入已经建立的标准曲线回归方程中,分别计算出福美双、吡虫啉和烯唑醇的含量。

2 结果与讨论

2.1 流动相的选择

在YWG C_{18} 色谱柱上比较甲醇-水体系作流动相,按不同质量浓度进行等度洗脱的研究,发现甲醇-水体积比60:40时柱效较好,但分析时间太长,由此考虑用梯度洗脱的方法。在选定的梯度条件下,3种物质被很好分离,

并不受杂质干扰。

2.2 方法的线性范围测定

在上述色谱条件下,将1.2.3中配制好的一系列标准混合溶液各进样20 μL ,外标法以峰面积 y 对质量浓度 $x(\text{g/L})$ 做图,绘制标准曲线。经测定福美双、吡虫啉、烯唑醇的质量浓度分别在0.00433~0.065、0.00213~0.032、0.00867~0.130 g/L范围内呈线性相关。回归方程分别为 $y=98124x-36.056(r=0.9991)$ 、 $y=52524x-43.883(r=0.9966)$ 、 $y=43637x+1133.2(r=0.9996)$ 。

2.3 方法精密度实验

在选定的色谱条件下,分别对样品溶液进行6次重复测定,测得福美双、吡虫啉、烯唑醇的标准偏差分别为 7.47×10^{-5} 、 1.75×10^{-4} 、 9.47×10^{-4} ,变异系数分别为1.00%、1.55%、3.05%。

2.4 最小检测限

按信噪比($S/N=3$)计算,得到吡虫啉、福美双、烯唑醇的最小检测限为0.325、0.607、0.730 g/L。

2.5 液相色谱图(见图1、2)

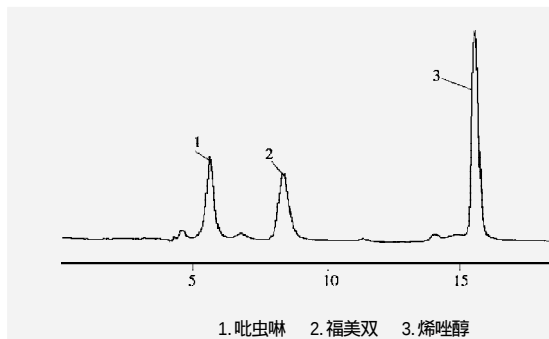


图1 标准溶液色谱图

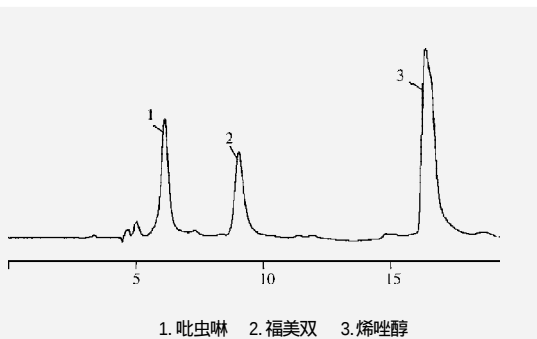


图2 样品溶液色谱图

2.6 方法准确度实验

在样品溶液中按低中高的质量分数水平添加福美双、吡虫啉和烯唑醇标准溶液,使添加的量分别为1.81、3.62、6.05 mg/g, 0.89、1.78、2.98 mg/g, 3.62、7.25、12.07 mg/g,每个质量分数水平重复3次,按实验方法进行测定,计算加标回收率,结果表明福美双、吡虫啉、烯唑醇的平均回收率分别为96.15%~102.00%、100.00%~105.92%、97.05%~102.92%。

3 结论

利用RP-HPLC梯度洗脱的方式来分析福美双·吡虫啉·烯唑醇悬浮种衣剂,方法简便、快速,准确度高、精

密度高,能够满足产品的常规分析和质控研究的要求。

参考文献:

- [1] 张浩, 范志先, 许允成. 福美双混剂的定量分析[J]. 农药, 1995, 34(10): 26-27.
- [2] 陈丹, 初丽伟, 范志先. 福美双混剂HPLC分析方法的研究[J]. 吉林农业大学学报, 1999, 21(3): 101-103.
- [3] 白建军. 反相高效液相色谱法分析福美双的含量[J]. 农药, 1998, 37(10): 27.
- [4] 王燕桓, 刘军. 烯唑醇的反相高效液相色谱分析方法[J]. 河北大学学报(自然科学版), 1999, 19(3): 305-307.
- [5] 夏红英, 李来生. 烯唑醇的高效液相色谱分析[J]. 江西科学, 2001, 19(4): 247-249.
- [6] 李来生. 反相高效液相色谱法测定杀虫剂中吡虫啉的含量[J]. 分析试验室, 1998, 17(5): 60-62.

责任编辑:夏彩云