吡虫啉·杀虫单混配制剂的高效液相色谱法

刘丽华，李桂荣
（福建省农产品质量安全检验检测中心，福建 福州 350003）

Determination of Imidacloprid+Monosultap By HPLC

Liu Lihua, *Li Guirong* (Fujian Inspection and Testing Centre for Agricultural Product Quality and Safety, Fuzhou 350003)

Abstract: This paper reported a specific quantitative analytical method for mixture of imidacloprid+monosultap by reverse phase HPLC using acetonitrile+water as mobile phase, 242nm wavelength detection. The results showed that the standard deviations were 0.007, 0.071; the coefficients of variation were 0.35%, 0.10%; the linear correlations were 0.999 9, 0.999 8 and the average recoveries were 98.09%, 99.32% respectively.

Key words: imidacloprid; monosultap; HPLC

摘 要：本文介绍了以乙腈+水为流动相，采用242nm检测波长，对吡虫啉和杀虫单的混剂中有效成分进行高效液相色谱定量分析的方法。该方法的标准偏差分别为0.007、0.071；变异系数分别为0.35%、0.10%；线性相关系数分别为0.999 9、0.999 8；平均回收率分别为98.09%、99.32%。

关键词：吡虫啉；杀虫单；高效液相色谱

中图分类号：S482.3；O657.72 **文献标识码**：A **文章编号**：1002-5480(2005)12-02-03

1 前言

吡虫啉·杀虫单可湿性粉剂是由吡虫啉（imidacloprid）和杀虫单（monosultap）混配的广谱性杀虫剂，用于防治水稻二化螟、三化螟、稻飞虱等有明显的防治效果，是低毒农药。

本文利用高效液相色谱仪，对吡虫啉和杀虫单混配制剂在相同的色谱条件下同时测定2种组分，取得良好的分离效果，具有较高的准确度和精密度，方法简便易行，是一种较为理想的分析方法。

2 实验部分

2.1 仪器与试剂 Waters 2695高效液相色谱仪，带紫外检测器；乙腈:色谱纯；水:2次重蒸水；吡虫啉标准品:已知含量≥98.6%（国家农药质量监督检验中心）；杀虫单标准品：已知含量≥99.2%（国家农药质量监督检验中心）。

2.2 色谱条件 色谱柱：Nova-pak C_{18}, 150mm×3.9mm不锈钢柱；流动相：乙腈+水=15+85（*V/V*），每85mL水中加入0.274g四丁基溴化铵，最后用磷酸调至pH2.5；检测器波长：242nm；流速：1.0mL/min；进样量：5μL；柱温：25℃；保留时间分别为吡虫啉约4.7min，杀虫单约4.3min。

2.3 测定步骤

2.3.1 标准溶液的配制 准确称取吡虫啉标准品约0.04g（精确至0.000 2g）和杀虫单标准品约0.12g（精确至0.000 2g），先用少量的

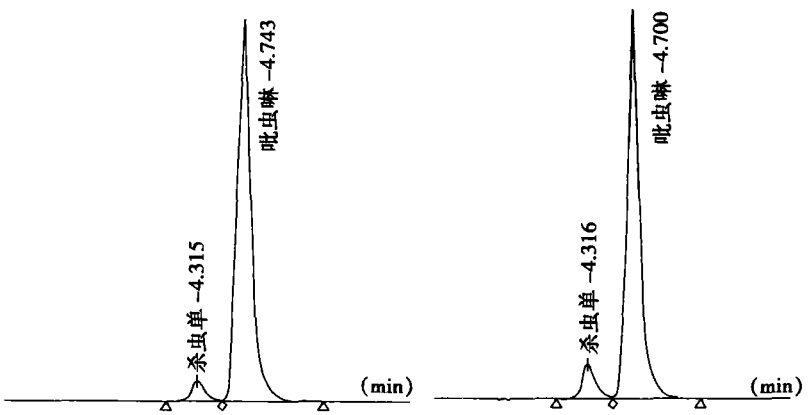
收稿日期：2005-08-26

© 1994-2010 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

乙腈溶解吡虫啉标准品，再用水溶解杀虫单标准品，于50mL容量瓶中，并用水稀释至刻度，摇匀，用0.45μm滤膜过滤备用。

2.3.2 试样溶液的配制 准确称取试样0.17g（精确至0.000 2g），置于50mL容量瓶中，用水溶解稀释至刻度，用0.45μm滤膜过滤备用。

2.3.3 进样分析及计算 依上述条件待仪器稳定后，按标样、样品、样品、标样的顺序进样。外标法定量（图1）。



标准品色谱图 样品色谱图

图1 标准品和样品的液相色谱图

吡虫啉（杀虫单）的质量百分含量 X（%）按下式计算：

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

式中：A_1—标准溶液中吡虫啉（杀虫单）的峰面积平均值；

A_2—试样中吡虫啉（杀虫单）的峰面积平均值；

m_1—吡虫啉（杀虫单）标样的质量，g；

m_2—试样的质量，g；

P—标准品中吡虫啉（杀虫单）的质量百分数，%。

3 结果与讨论

3.1 检测波长选择 根据吡虫啉、杀虫单在242nm处都有较大的吸收，选择吸收波长为242nm。

3.3 方法线性相关性测定 准确称吸取吡虫啉标准品约0.08g（精确至0.000 2g）和杀虫单标准品约0.24g（精确至0.000 2g）按2.3.1标准溶液的配制定容于50mL容量瓶中。用移液管分别移取该溶液1、3、5、7、9mL置于10mL容量瓶中，用水定容，摇匀。在上述色谱条件下，进行吡虫啉、杀虫单的测定，分别以吡虫啉、杀虫单溶液的浓度为横坐标，以测得的峰面积为纵坐标绘制标准曲线，求得回归方程。吡虫啉的线性方程为 $Y_{吡}$=4 733.8X-6 309，相关系数 r=0.999 9，杀虫单的线性方程为 $Y_{杀}$=100.96X-2 783.4，相关系数 r=0.999 8（表1）。

3.4 方法精密度测定 在上述操作条件下，对同一样品进行5次重复测定，求得吡虫啉、杀虫单的标准偏差分别为0.007、0.071，变异系数分别为0.35%、0.10%；样品中有效成分和平均含量分别为吡虫啉1.99%、杀虫单68.13%（表2）。

3.5 方法准确度测定 称取5份已知准确含量的试样，分别加入一定量的吡虫啉和杀虫单标准品，然后按本文所述的方法和操作条件进行重复测定，测得其平均回收率分别为吡虫啉98.09%，杀虫单99.32%（表3）。

© 1994-2010 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

表 1 分析方法的线性相关性测定数据表

项目		1	2	3	4	5	线性方程
吡虫啉	浓度(mg/L)	160	480	800	1 120	1 440	$Y_{吡}=4\ 733.8X-6\ 309$
	峰面积	767 099	2 281 915	3 716 731	5 311 547	6 826 363	r=0.999 9
杀虫单	浓度(mg/L)	480	1 440	2 400	3 360	4 320	$Y_{杀}=100.96X-2\ 783.4$
	峰面积	47 005	143 926	234 211	337 770	434 691	r=0.999 8

表 2 吡虫啉、杀虫单精密度测定结果

项目	1	2	3	4	5	平均值/%	标准偏差	变异系数/%
吡虫啉/%	1.99	1.98	1.99	1.99	2.00	1.99	0.007	0.35
杀虫单/%	68.05	68.21	68.19	68.12	68.07	68.13	0.071	0.10

表 3 回收率测定数据表

组分	测定次数	样品中有效成分质量(g)	加入的标准品质量(g)	理论总量(g)	实测总量(g)	回收率/%	平均回收率/%
吡虫啉	1	0.002 96	0.034 80	0.037 76	0.037 45	99.18	98.09
	2	0.003 03	0.042 15	0.045 18	0.045 56	100.85	
	3	0.003 97	0.034 33	0.038 30	0.037 49	97.88	
	4	0.002 66	0.037 91	0.040 57	0.038 95	96.00	
	5	0.003 18	0.044 92	0.048 10	0.046 43	96.52	
杀虫单	1	0.101 18	0.063 90	0.165 08	0.164 88	99.88	99.32
	2	0.103 82	0.074 00	0.177 82	0.180 29	101.39	
	3	0.135 98	0.068 80	0.204 78	0.202 13	98.71	
	4	0.091 03	0.043 05	0.134 08	0.131 37	97.98	
	5	0.108 95	0.069 53	0.178 48	0.176 02	98.62	

4 结论

本方法能同时测定吡虫啉和杀虫单的含量。通过试验表明，采用本方法对吡虫啉和杀虫单混配试剂进行同柱分析，具有定量准确，重复性好，分析速度快，线性关系良好，操作简便等特点，是较为理想的分析方法。

(上接第 1 页)

会议总结了第七届评委会成立 4 年来的主要工作。通过有关部门的大力协作和委员们的辛勤工作，共完成了 42 个农药品种的正式登记评审工作。对实施 5 种高毒有机磷农药削减，开展菊酯类农药在水田应用专项研究、清理农药临时登记超过有效期限产品和改进农药登记管理等提出了指导性意见和建议，充分发挥了评委会的专家支持和决策参谋作用。各部门之间通过农药登记评审工作，增进了相互了解，取得了共识，促进了部门协作。会议充分肯定了本届评委会取得的丰硕成果，并希望各位委员和各有关部门继续支持评委会工作，进一步完善我国农药登记管理工作。

© 1994-2010 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net