

反相高效液相色谱法测定噻螨胺的含量

周银平¹,董晶晶²,梁敏¹,刘淑杰¹

(1.沈阳化工研究院有限公司 新农药创制与开发国家重点实验室,沈阳 110021; 2.沈阳科创化学品有限公司,沈阳 110144)

摘要:[目的]建立了反相高效液相色谱法测定噻螨胺的方法。[方法]采用反相C₁₈烷基柱,以乙腈-水(体积比80:20)为流动相,柱温为30℃,流速为1.0 mL/min,采用UVD紫外检测器在254 nm处进行检测。[结果]方法峰面积与质量浓度的线性关系良好,平均回收率99.9%,标准偏差为0.13。[结论]该方法简便、快速、分离效果好、精密度和准确度高、线性关系好。

关键词:反相高效液相色谱;噻螨胺;杀螨剂

中图分类号:TQ450.7 文献标志码:A 文章编号:1006-0413(2011)12-0899-02

Determination of SYP-11277 by Reversed Phase HPLC

ZHOU Yin-ping¹, DONG Jing-jing², LIANG min¹, LIU Shu-jie¹

(1.State Key Laboratory of the Discovery and Development of Novel Pesticide, Shenyang Research Institute of Chemical Industry Co., Ltd., Shenyang 110021, China; 2.Shenyang Sciencreat Chemicals Co., Ltd., Shenyang 110144, China)

Abstract: [Aims] A method was developed for the quantitative determination of SYP-11277 by reversed phase HPLC. [Methods] The sample was separated on a diamocil C₁₈ column at the temperature of 30 °C with the elution of acetonitrile and water (80:20, by vol) as mobile phase at a flow rate of 1.0 mL/min. The detection wavelength was 254 nm. [Results] The assay exhibited a good linearity, the average recovery was 99.9%, and the standard deviation was 0.13. [Conclusions] The method has the advantages of convenience, fast speed, good separation, high precision and accuracy, and good linear correlations.

Key words: reversed phase HPLC; SYP-11277; acaricide

噻螨胺(SYP-11277)是沈阳化工研究院以噻螨酯为先导,采用“中间体衍生法”自主研发的新型苯胺基噻啉醚甲氧基丙烯酸酯类化合物^[1-5]。生物活性测定表明:噻螨胺对成螨、若螨及螨卵均有优异的生物活性,对作物安全,同时还具有一定的杀菌活性。由于噻螨胺结构新颖,关于其产品纯度的研究未有文献报道。因此,建立一个能快速准确地分析噻螨胺及其杂质含量,从而实现对反应情况进行监控的方法极为重要。本文采用反相高效液相色谱法对噻螨胺的粗产品和精制后的产品进行分析,保留时间为12 min,采用外标法定量,获得了满意的结果。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

高效液相色谱仪:Waters 1525/2489型仪器,Waters色谱工作站,Empower软件。柱温箱,UVD紫外检测器,KQ-50E型超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司)。乙腈(HPLC级),纯净水,噻螨胺标准品(含量>99%,实验室提取)。

1.2 色谱条件

色谱柱:Agilent Eclipse XDB-C₁₈(4.6 mm×150 mm, 5 μm),流动相:乙腈-水(体积比80:20),流速1.0 mL/min,柱温:30℃,检测波长:254 nm,进样量:5 μL。

1.3 分析方法

准确称取20、30、40、50、70 mg噻螨胺标准品,置于100 mL容量瓶中,用乙腈溶解,流动相稀释至刻度,在1.2条件下分别进样分析,绘制工作曲线,在上述线性范围内称取一定量的待测样品,乙腈溶解后用流动相稀释至定容,然后进行分析。

2 结果与讨论

2.1 分析条件

分别用不同比例的甲醇、水、乙腈-磷酸二氢钾缓冲盐流动相对样品进行分析,结果发现以乙腈-水(体积比80:20)为流动相时,可以将杂质与主产品很好的分离,峰型好(见图1、2),通过紫外扫描确定254 nm处吸收较强,因此选择254 nm作为检测波长。

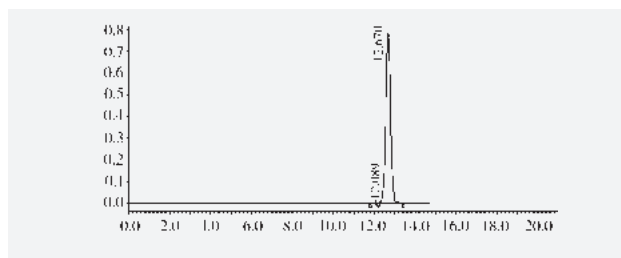


图1 噻螨胺标样高效液相色谱图

收稿日期:2011-05-19,修返日期:2011-08-29

作者简介:周银平(1982—),男,山东人,助理工程师,研究方向:农药工艺开发。E-mail:zhou19821221@163.com。

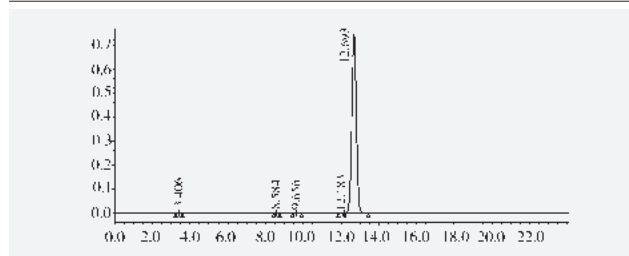


图2 啞蝻胺样品高效液相色谱图

2.2 标准曲线的绘制

采用外标法定量,在1.2操作条件下对啞蝻胺标准溶液进行测定,取得啞蝻胺峰面积 y 对进样质量浓度 x 的线性回归方程: $y=175.63x+53.208(r^2=1)$ 。

2.3 方法的精密度与准确度

2.3.1 精密度的测定

准确称取已知样品按选定的方法进行测定5次,啞蝻胺的平均含量96.00%,标准偏差为0.13,重现性比较好(见表1)。

表1 啞蝻胺精密度的测定结果

序号	质量分数/%	平均值/%	标准偏差	变异系数/%
1	96.14	96.00	0.13	0.14
2	96.00			
3	96.07			
4	96.00			
5	95.80			

(上接第877页)

3 结论

确立了以二氯甲烷为萃取剂,用液液萃取进行净化,高效液相色谱进行分离,紫外检测器检测病毒星在水体中的残留分析方法。该方法准确可靠,回收率在91.5%~98.4%之间,变异系数为2.2%~3.9%,该方法适用于水体中病毒星的残留检测。实验测得病毒星在二次蒸馏水中的平均 $\lg K_{ow}$ 为3.08。本研究结果为该药的环境行为和安全评价提供了基本必备的理论参数。

2.3.2 准确度的测定

采用加标回收法,在一个已知含量的样品中加入一定的啞蝻胺标准品,配成一定质量浓度的样品,按选定的方法测定,计算回收率,结果见表2,该方法的加标回收率平均高于99.0%。

表2 啞蝻胺准确度的测定结果

批号	加入量/mg	实测值/mg	回收率/%	平均回收率/%
1	54.2	54.09	99.7	99.9
2	41.6	41.73	100.3	
3	29.36	26.09	99.0	
4	41.55	41.75	100.4	
5	34.80	34.84	100.1	

3 结论

实验结果表明:本方法具有较高的准确度和精密度,并且操作简便、快捷,是一种可行的分析方法。

参考文献:

- [1] 孙学涛,刘君丽,宋玉泉,等.新化合物SYP-11277杀蝻活性及作用特性[J].农药,2011,50(3):175.
- [2] 孙学涛,刘君丽,宋玉泉,等.甲氧基丙烯酸酯类杀蝻剂的研究进展[C]//中国化工学会农药专业委员会第十四届年会论文集.沈阳,2010:26-31.
- [3] 雒丽丽,薄海波,毕阳,等.超高效液相色谱法测定水果和饮料中残留的氟啶菌酯和啞蝻酯[J].色谱,2009,27(2):201-205.
- [4] 张庆合.高效液相色谱实用手册[M].北京:化学工业出版社,2008.
- [5] 刘长令,李慧超,张弘,等.含取代苯胺基啞啶基团的E-型苯基丙烯酸酯类化合物及其应用:CN,101906075A[P].2010-12-08.

责任编辑:李新

参考文献:

- [1] MAILHOT H. Prediction of Algal Bioaccumulation and Uptake Rate of Nine Organic Compounds by Ten Physicochemical Properties[J]. Environ Sci Technol, 1987, 21: 1009-1013.
- [2] 王琪屏,刘维屏,李克斌.农药正辛醇/水分配系数的测定与其他环境参数的相关性[J].环境污染与防治,1997,19(6):23-39.
- [3] 陈卓,杨松.自主创新抗植物病毒新农药:毒氟磷[J].世界农药,2009,31(20):52-53.
- [4] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局等起草.GB/T 21853—2008.分配系数(正辛醇-水)摇瓶法实验[S].中华人民共和国国家标准,2008.
- [5] 何艺兵,赵元慧,王连生,等.有机化合物正辛醇/水分配系数的测定[J].环境化学,1994,13(3):195-197.

责任编辑:李新

安徽华星并购江阴凯江农化

2011年11月4日,中华人民共和国工业和信息化部公布了2011年第2批中国农药企业合并名单。原药生产企业安徽华星化工股份有限公司(注册资本2.939亿人民币)合并了同为原药生产企业的江阴凯江农化有限公司(注册资本240万人民币)。合并后企业名称仍为安徽华星化工股份有限公司。

根据华星化工2011年半年度报告显示,今年4月,双方协商以500万元转让江阴凯江农化公司部分固定资产包括一些设备、备件等,无形资产包括24个农药品种制剂加工工艺,多菌灵等原药的生产工艺规程、农药登记证书及其他技术资料。而3月,公司就已支付上述资产的首期价款。

另外,上月,安徽华星获得当地政府补助,包括科技创新研究费用补助4000万元、三废治理费用补助2000万元及产品出口补贴资金1500万元,合计7500万元。(ZP)