

◆ 农药分析 ◆

# 20%阿维·毒死蜱水乳剂的高效液相色谱 定量分析方法

刘志勇, 姚杰, 吴莹, 王春梅

(江苏剑牌农药化工有限公司, 江苏建湖 224700)

**摘要:** 叙述了采用高效液相色谱法以  $V(\text{甲醇}):V(\text{水})=85:15$  为流动相,  $C_{18}$  柱和紫外检测器同柱定量分析了混合剂中的阿维菌素和毒死蜱的含量。结果表明, 阿维菌素和毒死蜱的标准偏差分别为 0.005 5、0.066 9; 变异系数分别为 2.75%、0.336 7%; 平均回收率分别为 99.63%、99.82%, 线性相关系数分别为  $r_{\text{阿维菌素}}=1$ 、 $r_{\text{毒死蜱}}=0.999 5$ 。

**关键词:** 阿维菌素; 毒死蜱; 高效液相色谱; 分析

中图分类号: TQ 450.7 文献标识码: A doi: 10.3969/j.issn.1671-5284.2010.05.010

## Quantitative Analysis Method of Abamectin+Chlorpyrifos 20% EW by HPLC

LIU Zhi-yong, YAO Jie, WU Ying, WANG Chun-mei

(Jiangsu Sword Agrochemicals Co., Ltd., Jiangsu Jianhu 224700, China)

**Abstract:** The quantitative analysis of mixture of abamectin and chlorpyrifos by reverse phase HPLC using methanol and water (85 : 15),  $C_{18}$  column and ultraviolet detector was described. The results showed the standard deviations for abamectin and chlorpyrifos were 0.005 5 and 0.066 9, the coefficients of variation were 2.75% and 0.336 7%, the average recoveries were 99.63% and 99.82%, the linear correlations were 1 and 0.999 5 respectively.

**Key words:** abamectin; chlorpyrifos; HPLC; analysis

阿维菌素是一种大环内酯双糖类化合物农药。对昆虫和螨类具有触杀和胃毒作用, 并有微弱的熏蒸作用, 无内吸性。但它对叶片有很强的渗透作用, 可杀死表皮下的害虫, 且残效期长。而毒死蜱为有机磷杀虫剂, 具有触杀、胃毒和熏蒸作用。在叶片上残留期不长, 但在土壤中的残留期较长, 因此, 对地下害虫的防治效果较好。将这两种农药混配制成 20%阿维·毒死蜱水乳剂, 可增强药效、扩大使用范围, 延缓抗性的产生。目前阿维菌素和毒死蜱单剂的分析方法已有报道<sup>[1-3]</sup>, 但两者混配成水乳剂的分析方法尚未见报道。本文采用反相高效液相色谱法对阿维·毒死蜱水乳剂进行同柱分离测定, 经过优化选择, 分析条件达到了理想的要求。该方法简便、快捷、分离完全、结果重现性好, 很好地将复配农药中的两种成分, 一次进样同时定量, 是一

种较实用的分析方法。

## 1 试验部分

### 1.1 仪器

高效液相色谱仪: Waters 2487/Waters 515 (带有紫外检测器), N2000 化学工作站。

色谱柱: Waters, Wat045905 150 mm×4.6 mm, 不锈钢柱。

### 1.2 试剂

水: 新蒸二次蒸馏水; 甲醇: 色谱纯; 乙腈: 色谱纯; 阿维菌素标准品: 99% (美国 Chemservice); 毒死蜱标准品: 99.0% (美国 Chemservice); 试样: 20%阿维·毒死蜱水乳剂 (本公司)。

### 1.3 分析条件

流动相:  $V(\text{甲醇}):V(\text{水})=85:15$ ; 流速: 1.0

收稿日期: 2010-05-11

作者简介: 刘志勇 (1981—), 男, 湖北省黄冈市人, 工程师, 研究方向: 农药残留分析。Tel: 0515-86251323

mL/min; 柱温: 室温; 检测波长: 235 nm; 进样体积: 5  $\mu$ L; 保留时间: 阿维菌素约为 12.2 min, 毒死蜱约为 6.6 min。

上述液相色谱操作条件系典型操作参数, 可根据不同仪器特点, 对给定的操作参数作适当调整, 以期获得最佳效果。

## 1.4 测定步骤

### 1.4.1 标准溶液的配制

称取阿维菌素标准品 0.015 g (精确至 0.000 2 g) 和毒死蜱标准品 0.03 g (精确至 0.000 2 g) 于 50 mL 容量瓶中, 加入约 30 mL 甲醇。置此容量瓶于超声波浴中振荡 10 min, 使其全部溶解, 取出降至室温, 用甲醇定容至刻度, 摇匀, 为标样溶液备用。

### 1.4.2 试样溶液的配制

称取试样 0.08 g (精确至 0.000 2 g) 样品于 25 mL 容量瓶中, 加入约 20 mL 甲醇。置此容量瓶于超声波浴中振荡 10 min, 使其全部溶解, 取出降至室温, 用乙腈定容至刻度, 摇匀, 为试样溶液备用。

### 1.4.3 测定

在上述条件下, 待仪器基线稳定后, 连续注入数针标样溶液, 计算各针相对响应值的重复性, 待相邻两针相对响应值变化 < 1.0%, 按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序开始进样。阿维菌素、毒死蜱标样以及样品的高效液相色谱图见图 1、图 2。

### 1.4.4 计算

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标准溶液中阿维菌素 (毒死蜱) 的峰面积分别平均, 试样中阿维菌素 (毒死蜱) 的质量分数  $w$  (%) 按下式进行计算。

$$w(\%) = \frac{A_2 \times m_1 \times P}{A_1 \times m_2} \times 100$$

式中:  $A_1$ —标样溶液中阿维菌素或毒死蜱峰面积的平均值;  $A_2$ —试样溶液中阿维菌素或毒死蜱峰面积的平均值;  $m_1$ —阿维菌素或毒死蜱标样的质量, g;  $m_2$ —试样的质量, g;  $P$ —标准品中阿维菌素或毒死蜱的质量分数, %。

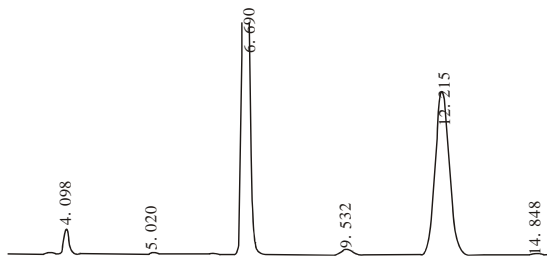


图 1 阿维菌素、毒死蜱标样色谱图

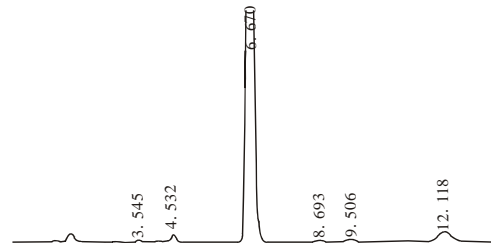


图 2 20%阿维·毒死蜱水乳剂色谱图

## 2 结果与讨论

### 2.1 吸收波长的确定

通过在 210 nm~290 nm 波长范围内采用紫外扫描, 发现 235 nm 作为检测波长时, 阿维菌素和毒死蜱均有较强吸收峰, 且两峰大小比例适当, 且无杂质干扰, 最终选定 235 nm 作为检测波长。

### 2.2 流动相的确定

为了确保阿维菌素和毒死蜱与杂质完全分开, 分别选择不同比例的甲醇+水、乙腈+水作为流动相对试样进行分离检测, 结果表明, 当流动相为  $V(\text{甲醇}):V(\text{水})=85:15$  时, 各组分均能得到理想的分离, 且基线平稳, 因此选择  $V(\text{甲醇}):V(\text{水})=85:15$  作为本法的最佳流动相。

### 2.3 分析方法的线性相关性

分别称取不同质量的阿维菌素、毒死蜱标准品于 5 个 50 mL 容量瓶中, 用乙腈稀释至刻度, 摇匀。在规定的液相色谱条件下分别进行测定。以阿维菌素、毒死蜱的进样质量为横坐标, 以阿维菌素、毒死蜱的峰面积为纵坐标, 绘制线性关系曲线 (图 3、图 4), 其线性方程分别为  $y_{\text{阿维菌素}}=8.4552x+0.0088$ ,  $y_{\text{毒死蜱}}=0.7173x+0.0339$ , 相关系数分别为  $r_{\text{阿维菌素}}=1$ ,  $r_{\text{毒死蜱}}=0.9995$ 。

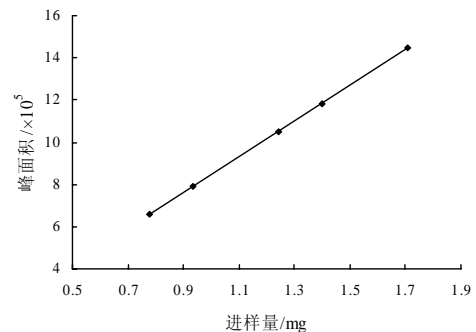


图 3 阿维菌素线性关系曲线

### 2.4 方法精密度试验

用同一批样品分 5 次称量, 采用上述色谱条件进

行测定,结果经统计,该方法测定阿维菌素和毒死蜱的标准偏差分别为 0.005 5、0.066 9,变异系数分别为 2.75%、0.336 7% (表 1)。表明该方法的精密度良好。

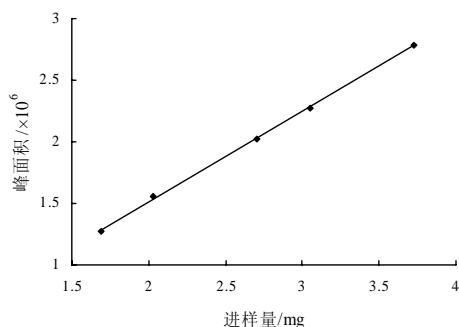


图 4 毒死蜱线性关系曲线

表 1 20%阿维·毒死蜱水乳剂精密度实验结果

样品	序号	质量分数/%	平均值/%	标准偏差	变异系数/%
阿维菌素	1	0.21	0.20	0.0055	2.75
	2	0.20			
	3	0.20			
	4	0.21			
	5	0.20			
毒死蜱	1	19.87	19.87	0.0669	0.3367
	2	19.82			
	3	19.90			
	4	19.79			
	5	19.87			

## 2.5 方法准确度试验

在已知质量分数阿维·毒死蜱水乳剂试样中,加入不同量的阿维菌素和毒死蜱标准品,配成 5 个

已知样,在相同的液相色谱条件下,定量分析、计算 (表 2),测得的阿维菌素和毒死蜱的平均回收率分别为 99.63%、99.82%。

表 2 20%阿维·毒死蜱水乳剂准确度实验结果

样品	序号	加入量 (折纯)/mg	实测量 (折纯)/mg	回收率/%	平均回收率/%
阿维菌素	1	6.1	6.1	100	99.63
	2	8.8	8.85	100.57	
	3	9.9	9.8	98.99	
	4	13.5	13.4	99.26	
	5	15.2	15.1	99.34	
毒死蜱	1	10.4	10.4	100	99.82
	2	14.5	14.4	99.31	
	3	19.1	19.2	100.52	
	4	25.3	25.2	99.60	
	5	28.9	28.8	99.65	

## 3 结论

综上所述,用本方法测定 20%阿维·毒死蜱水乳剂的有效成分质量分数,具有快速、准确、简便等特点,且重现性、分离效果均能满足产品检验要求,是一种较为实用的分析方法,适用于产品质量检验。

### 参考文献

- [1] 张百臻. 农药分析 (第四版) [M]. 北京: 化学工业出版社, 2005. 1-3; 102-104.
- [2] GB 19336-2003, 阿维菌素原药 [S].
- [3] GB 19604-2004, 毒死蜱原药 [S].

## 欢迎订阅 2011 年《广东化工》

《广东化工》(月刊),创刊于 1974 年,国内外公开发行,刊号: CN 44-1238/TQ, ISSN 1007-1865,大 16 开,每月 25 日出版,被美国《化学文摘》重点收录、中国核心期刊(遴选)数据库收录和中国学术期刊光盘版收录,在全国化工刊物界享有很高声誉,适合在化工行业的企业、高等院校、科研院所从事管理、科研、工程设计与施工、教学、生产及一切与化工事业相关的人士阅读。

**主要栏目:** 试验与研究、专论与综述、分析测试、环境保护、材料合成与加工改性、化工设计及装备、教学与实践、化工新能源等。

**适合的专业有:** 石油化工、医药化工、农药化肥、日用化工、燃气化工、化学建材、电化学、工业水处理、涂料与胶粘剂、生物化工、食品化工等。

全年订费: 全年 12 期,国内订价为 240 元/年; 境外订价为 192 美元/年。

订阅办法: (选一)

A. 向邮局订阅。邮发代号: 46-211。并在 [www.gdchem.com/feedback/index.asp](http://www.gdchem.com/feedback/index.asp) 登记。

B. 直接汇款向编辑部订阅。编辑部地址: 广州市越秀区越华路 116 号,收款人: 《广东化工》编辑部 (510034)。请注明: 订《广东化工》/起止时间。并在 [www.gdchem.com/feedback/index.asp](http://www.gdchem.com/feedback/index.asp) 登记。

本刊为职称资格评审认定刊物,欢迎全国作者投稿,欢迎订阅。

广东化工在线投稿网址: [www.gdchem.com](http://www.gdchem.com) 投稿 E-mail: [gdic200@163.com](mailto:gdic200@163.com) Tel: 020-83336009, 83302517