

◆ 农药分析 ◆

# 30%噻嗪·毒死蜱水乳剂的高效液相色谱分析

魏晓林, 刘 迎, 魏方林, 朱国念

(杭州浙大新农药科技有限公司, 杭州 310029)

**摘要:** 采用 ODS<sub>2</sub>-C<sub>18</sub> 反相色谱柱, 用高效液相色谱外标法测定 30%噻嗪·毒死蜱水乳剂含量。噻嗪酮方法的相关系数为 0.999 8, 标准偏差为 0.107 5, 变异系数为 1.74%, 平均回收率为 99.8%; 毒死蜱方法的相关系数为 0.999 8, 标准偏差为 0.181 7, 变异系数为 0.75%, 平均回收率为 99.6%。

**关键词:** 噻嗪酮; 毒死蜱; 水乳剂; 液相色谱; 外标法

中图分类号: TQ 450.7 文献标识码: A doi: 10.3969/j.issn.1671-5284.2010.04.008

## HPLC Analytical Method for Buprofezin+Chlorpyrifos 30% EW

WEI Xiao-lin, LIU Ying, WEI Fang-lin, ZHU Guo-nian

(Hangzhou Zhejiang University Xinnong Pesticide Technological Company, Hangzhou 310029, China)

**Abstract:** The content of buprofezin+chlorpyrifos 30% EW was determined by HPLC, in a external standard method, using ODS<sub>2</sub>-C<sub>18</sub> reversed-phase column. The R<sup>2</sup> of analytic method for buprofezin was 0.9998, the standard deviation was 0.1075, the coefficient of variation was 1.74%, and the average recovery was 99.8%. The R<sup>2</sup> of analytic method for chlorpyrifos was 0.9998, the standard deviation was 0.1817, the coefficient of variation was 0.75%, the average recovery was 99.6%.

**Key words:** buprofezin; chlorpyrifos; emulsion oil in water; HPLC; external standard method

噻嗪酮<sup>[1]</sup>是一种新型杀虫剂,以胃毒作用为主,兼有触杀作用,但无内吸作用,对人、畜毒性低,为中毒杀虫剂。毒死蜱<sup>[2]</sup>具有触杀、胃毒和熏蒸作用,广泛用于防治水稻、甘蔗、棉花、果树、玉米、花卉、茶叶、蔬菜、畜牧等方面的螟虫、介壳虫、棉铃虫、蚜虫、卷叶虫、粘虫、蓟马、叶蝉等害虫和螨类。

关于单剂的分析方法,噻嗪酮采用高效液相色谱法<sup>[3]</sup>,毒死蜱采用气相色谱法<sup>[4]</sup>,目前关于噻嗪·毒死蜱水乳剂的分析方法还未见报道,本文在同一色谱条件下对复配制剂的分析方法进行了研究。

## 1 实验部分

### 1.1 试剂

甲醇:色谱纯(天津市四友精细化学品有限公司);二次蒸馏水;

噻嗪酮标样:已知质量分数,≥98.0%(上海安谱科学仪器有限公司提供);毒死蜱标样:已知质量分数,≥99.2%(浙江新农化工有限公司提供);30%噻嗪·毒死蜱水乳剂(杭州浙大新农药科技有限公司提供)。

### 1.2 仪器

高效液相色谱仪:LC-10AT(上海岛津公司);色谱柱:150 mm×4.6 mm(id) 不锈钢柱,内装 ODS<sub>2</sub>-C<sub>18</sub>(5 μm) 填充物;过滤器:滤膜孔径约 0.45 μm;微量进样器:100 μL;定量进样阀:20 μL。

### 1.3 色谱操作条件

经过色谱条件的试验,最终确定流动相的比例为甲醇+水=80+20(V/V),此时噻嗪酮与毒死蜱分离度最好。在毒死蜱最佳吸收波长为 246 nm 时噻嗪酮的吸收值较小,而在 234 nm 波长时噻嗪酮吸收好,为了两者兼顾,所以波长定为 234 nm。

收稿日期:2010-02-25;修回日期:2010-04-27

基金项目:国家重大科技专项(优先主题)工业项目(2008C01061-2)

作者简介:魏晓林(1978—),男,浙江省诸暨市人,工程师,主要从事农药分析与制剂加工工作。Tel: 0571-86430193; E-mail: bgywxl@tom.com

柱温：室温；流速：1.2 mL/min；检测波长：值较 234 nm；进样体积：20  $\mu$ L。

流动相： $V(\text{甲醇}) : V(\text{水}) = 80 : 20$ ；保留时间：噻嗪酮约 13.3 min，毒死蜱约 16.0 min。

上述参数为典型操作条件，可根据不同仪器的特点对给定的参数作适当的调节，以期获得最佳分离效果。典型色谱图见(图1、图2)。

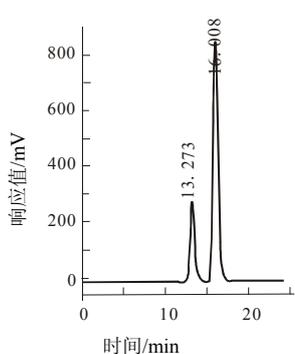


图1 标样典型色谱图

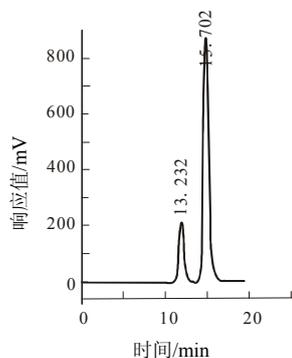


图2 试样典型色谱图

## 2 实验方法

### 2.1 标样溶液的配制

分别称取噻嗪酮标准品 0.02 g (精确至 0.000 2 g)、毒死蜱标准品 0.1 g (精确至 0.000 2 g)，置于 100 mL 容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀。

### 2.2 试样溶液的配制

称取 0.34 g (精确至 0.000 2 g) 试样，置于 100 mL 容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

### 2.3 测定

在上述操作条件下，待仪器基线稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针噻嗪酮、毒死蜱相对响应值变化小于 1.5% 后，按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

### 2.4 计算

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中噻嗪酮、毒死蜱面积分别进行平均。试样中噻嗪酮、毒死蜱的质量分数  $X_1$  (%) 按下式计算：

$$X_1 = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2}$$

式中： $r_1$ —标样溶液中噻嗪酮、毒死蜱峰面积的平均值； $r_2$ —试样溶液中噻嗪酮、毒死蜱峰面积的平均值； $m_1$ —标样的质量，g； $m_2$ —试样的质量，g； $p$ —标样中噻嗪酮、毒死蜱的质量分数，%。

## 2.5 允许差

两次平行测定结果之差，噻嗪酮不大于 1.0%，毒死蜱不大于 1.0%，取其算术平均值，作为测定结果。

## 3 结果与分析

### 3.1 方法的线性相关测定

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用 ODS<sub>2</sub>-C<sub>18</sub> (5  $\mu$ m) 为填充物的不锈钢柱和紫外检测器。用外标法对噻嗪酮、毒死蜱进行高效液相色谱分离和测定。

线性关系的测定：a) 分别配制浓度为 100、400、600、800、1 000 mg/L 的 5 种不同浓度的噻嗪酮标样溶液，在上述的操作条件下进行相同体积的进样，得出 5 个相应峰面积。以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标 (见图 1)，得出线性回归方程为  $Y = 10\ 634 X - 12\ 363$ ，线性相关系数  $R^2 = 0.999\ 8$ 。b) 分别配制浓度为 75、150、300、600、1 200 mg/L 的 5 种不同浓度的毒死蜱标样溶液，在上述的操作条件下进行相同体积的进样，得出 5 个相应峰面积。以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标 (见图 2)，得出线性回归方程为  $Y = 13\ 379 X + 171\ 929$ ，线性相关系数  $R^2 = 0.999\ 8$ 。

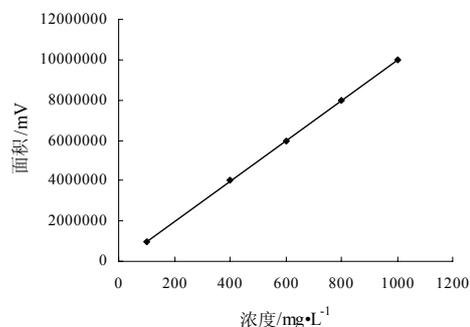


图1 噻嗪酮线性关系

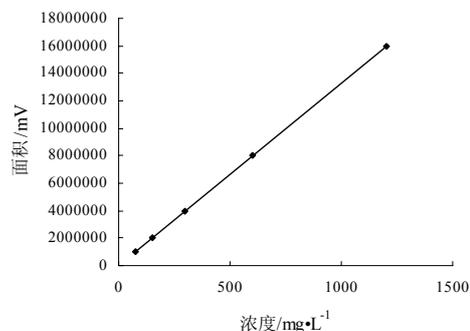


图2 毒死蜱线性关系

### 3.2 方法的精密度测定

称取 30%噻嗪·毒死蜱水乳剂样品,进行 5 次平行测定,其结果经统计分析,该分析方法测定噻嗪酮的标准偏差为 0.107 5,变异系数为 1.74%;毒死蜱的标准偏差为 0.181 7,变异系数为 0.75% (见表 1)。

表 1 精密度测定结果

样品	序号	质量分数/%	平均值/%	标准偏差	变异系数/%
噻嗪酮	1	6.164	6.171	0.107 5	1.74
	2	6.320			
	3	6.026			
	4	6.212			
	5	6.135			
毒死蜱	1	24.474	24.242	0.181 7	0.75
	2	24.120			
	3	24.017			
	4	24.243			
	5	24.355			

### 3.3 方法的准确度测定

采用标样添加法。在已知含量的试样中添加一定量的标样,在上述色谱条件下进行 5 次重复测定,测得噻嗪酮的平均回收率为 99.8%,毒死蜱的平均回收率为 99.6% (见表 2)。

## 4 结论

综上所述,采用本方法分析测定 30%噻嗪·毒

死蜱水乳剂中噻嗪酮、毒死蜱的含量,具有简便、快速、准确等优点,且结果重现性、稳定性、分离效果均能满足产品的检验要求,是一种可行的较理想的分析方法。

表 2 检测方法的回收率测定结果

样品	批号	添加量/g	实测值/g	回收率/%	平均值/%
噻嗪酮	1	0.012 4	0.012 5	100.8	99.8
	2	0.024 5	0.024 3	99.2	
	3	0.032 9	0.032 6	99.1	
	4	0.046 7	0.046 8	100.2	
	5	0.058 8	0.058 5	99.5	
毒死蜱	1	0.010 5	0.010 3	98.1	99.6
	2	0.021 2	0.021 4	100.9	
	3	0.030 9	0.030 5	98.7	
	4	0.040 7	0.041 0	100.7	
	5	0.051 1	0.050 9	99.6	

### 参考文献

- [1] 贝亚维,顾秀慧. 噻嗪酮的作用方式研究 [J]. 浙江农业学报, 1996, 8 (1): 30 - 33.
- [2] 刘占山,黄安辉,肖明山. 毒死蜱的研究应用现状及产业发展前景 [J]. 世界农药, 2009, 31 (1): 59 - 61.
- [3] 刘曙照,冯大和. 高效液相色谱法测定噻嗪酮含量 [J]. 农药, 1991, 30 (1): 21 - 21.
- [4] 王爱芬,李小鹰. 40.7%毒死蜱乳油中有效成分毒死蜱的气相色谱分析 [J]. 农药, 2001, 40 (7): 25 - 26.

(上接第 5 页)

#### 3.5.4 专利法第六十九条

有下列情形之一的,不视为侵犯专利权:

1) 专利产品或者依照专利方法直接获得的产品,由专利权人或者经其许可的单位、个人售出后,使用、许诺销售、销售、进口该产品的;

2) 在专利申请日前已经制造相同产品、使用相同方法或者已经作好制造、使用的必要准备,并且仅在原有范围内继续制造、使用的;

3) 临时通过中国领陆、领水、领空的外国运输工具,依照其所属国同中国签订的协议或者共同参加的国际条约,或者依照互惠原则,为运输工具自身需要而在其装置和设备中使用有关专利的;

4) 专为科学研究和实验而使用有关专利的;

5) 为提供行政审批所需要的信息,制造、使用、进口专利药品或者专利医疗器械的,以及专门为其制造、进口专利药品或者专利医疗器械的。

### 参考文献

- [1] 中国知识产权事业辉煌 30 年 [C]// 田力普. 国家知识产权局成立 30 周年纪念文集. 北京: 知识产权出版社, 2010: 7.

## 本编辑部迁址启事

自 2010 年 6 月 15 日起,本刊编辑部通讯地址变更为:“南京市北京西路 17 号江苏化工大厦 407 室”,邮政编码:“210014”。电话、传真号码不变,电子邮箱不变。

特此告知

《现代农药》编辑部

2010 年 6 月