

# 联苯肼酯的高效液相色谱分析

曹巍, 陈高部, 关云飞, 李艳娟

(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)

**摘要:** [目的]建立了一种用高效液相色谱测定联苯肼酯的定量分析方法。 [方法]采用CN HPLC液谱柱,以甲醇-乙腈-水(体积比20:28:52)为流动相,流量为1.0 mL/min,柱温为25 °C,选择230 nm为检测波长进行检测。 [结果]方法的线性相关系数0.99995,标准偏差为0.29,平均回收率为99.89%。 [结论]该方法具有简便、快速、分离效果好、精密度和准确度高、线性关系好的特点。

**关键词:** 联苯肼酯; 高效液相色谱; 分析

中图分类号: TQ450.7 文献标志码: A 文章编号: 1006-0413(2011)06-0424-02

## Determination of Bifenazate by HPLC

CAO Wei, CHEN Gao-bu, GUAN Yun-fei, LI Yan-juan

(State Key Laboratory of the Discovery and Development of Novel Pesticide, Shenyang Research Institute of Chemical Industry Co., Ltd., Shenyang 110021, China)

**Abstract:** [Aims] A HPLC method was developed for the quantitative determination of bifenazate. [Methods] The mobile phase was a 20 : 28 : 52 mixture of methanol, acetonitrile and water, flow rate was 1.0 mL/min, and a CN column was used with column temperature at 25 °C and the detection wave length was 230 nm. [Results] The linear correlation coefficient was 0.99995, the standard deviation was 0.29, and the average recovery was 99.89%. [Conclusions] The method has the advantages of convenience, fast speed, good separation, high precision and accuracy, and good linear correlations.

**Key words:** bifenazate; HPLC; analysis

联苯肼酯(bifenazate)是联苯肼类杀螨剂。其纯品外观为白色固体结晶。美国科聚亚公司2008年在我国获得登记。登记作物和防治对象为苹果树红蜘蛛,国内尚无生产报道。该制剂用于苹果树,对鱼类高毒,高风险性;对鸟中等毒性,低风险性;对蜜蜂、家蚕低毒,低风险性。联苯肼酯是一种新型选择性叶面喷雾用杀螨剂,其作用机理为对螨类的中枢神经传导系统的一氨基丁酸(GABA)受体的独特作用。其对螨的各个生活阶段有效,具有杀卵活性和对成螨的击倒活性(48~72 h),且持效期长。持效期14 d左右,推荐使用剂量范围内对作物安全。对寄生蜂、捕食螨、草蛉低风险。用于苹果和葡萄防治苹果红蜘蛛、二斑叶螨和McDaniel螨以及观赏植物的二斑叶螨和Lewis螨<sup>[1]</sup>。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器与试剂

#### 1.1.1 仪器

色谱仪:日本岛津10A高压液相色谱仪,检测器:SPD-10A紫外可变检测器,处理机:日本岛津C-R6A,色谱柱:Inertsil CN-3, 5 μm, 4.6 mm × 250 mm不锈钢柱(迪马公司)。

#### 1.1.2 试剂

甲醇、乙腈:一级色谱纯;水:为新制二次蒸馏水,经过0.45 μm滤膜过滤;联苯肼酯标样(实验室标样),已知含量99.0%。

### 1.2 操作条件

流动相:甲醇-乙腈-水(体积比20:28:52);磷酸pH值4;流速1.0 mL/min;检测波长:230 nm;进样量5 μL;保留时间:联苯肼酯9.28 min。

### 1.3 测定步骤

#### 1.3.1 标样溶液的配制

称取标样0.05 g(精确至0.0002 g)于100 mL容量瓶中,加乙腈20 mL,置于超声水浴中振荡2 min,使试样完全溶解,冷却至室温,然后用甲醇稀释至刻度摇匀。

#### 1.3.2 试样溶液的配制

称取试样0.05 g(精确至0.0002 g)于100 mL容量瓶中,加乙腈20 mL,置于超声水浴中振荡2 min,使试样完全溶解,冷却至室温,然后用甲醇稀释至刻度摇匀。

#### 1.3.3 测定

在上述操作条件下,待仪器基线稳定后,连续注入数次标样溶液,计算各针响应值的重复性,待相邻2次的响应

收稿日期:2011-02-14

作者简介:曹巍(1973—),女,高级工程师,从事农药研究。Tel:024-85869077, E-mail:caowei777@163.com。

值变化小于1.0%,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。

### 1.3.4 计算

将测得的2次试样溶液及试样前后2次标样溶液中联苯胼酯峰面积分别进行平均,试样中联苯胼酯质量分数 $X_1(\%)$ 按下式计算:

$$X_1 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot P}{A_1 \cdot m_2}$$

式中: $A_1$ 为标样溶液中联苯胼酯的峰面积平均值

$A_2$ 为试样溶液中联苯胼酯的峰面积平均值

$m_1$ 为标样的质量(g)

$m_2$ 为试样的质量(g)

$P$ 为标样中联苯胼酯的质量分数(%)

## 2 结果和讨论

### 2.1 检测波长的选择

将联苯胼酯样品在190~350 nm的波长范围内扫描,在230 nm处有最大的吸收,故确定230 nm为检测波长。联苯胼酯的紫外波长扫描图见图1。

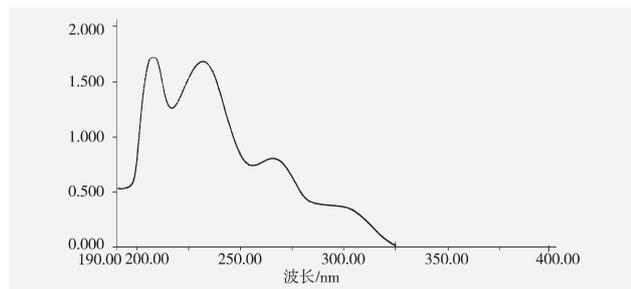


图1 联苯胼酯的光谱图

### 2.2 流动相的选择

在反相色谱条件下,选择甲醇、乙腈和水作流动相,经多次筛选,确定最佳比例(体积比20:28:52)磷酸调pH=4,

这种条件下其分离效果较好。联苯胼酯试样的液相色谱图见图2。



图2 联苯胼酯的高效液相色谱图

### 2.3 线性关系

配制一系列标样溶液,分别称取(0.03、0.05、0.06、0.07、0.08 g),在上述色谱条件下,待仪器稳定后,分别进行测定,测得相应样品的峰面积值,以质量浓度为横坐标,其响应值为纵坐标,测试方法的线性相关性方程为 $y=44.905x+0.0008, r=0.99995$ 。

### 2.4 分析方法的精密度

在上述色谱条件下,对同一待测样品进行重复6次的测定,结果为90.23%、90.58%、90.06%、90.52%、90.41%、90.89%,其标准偏差为0.29,变异系数为0.32%。

### 2.5 分析方法的准确度

称取一定量的样品,准确加入不同量的联苯胼酯标样,测定其含量,计算出平均回收率为99.89%。

## 3 结论

本方法检测联苯胼酯样品,具有快速、准确、分离效果好、灵敏度高优点,是一种较为理想的分析方法。

### 参考文献:

- [1] 美国科聚亚公司. 联苯胼酯[J]. 农药科学与管理, 2009, 30(8): 68.

责任编辑:李新

(上接第416页)

- [12] 黄国洋,王荫长,尤子平. 黄地老虎耐寒机理初探[J]. 浙江林学院学报, 1990, 7(2): 140-146.
- [13] 湖北省赤眼蜂寄主人工模拟卵研究协作组. 赤眼蜂(*Trichogramma*)寄主人工模拟卵的研究(二)——柞蚕卵成分的初步分析[J]. 武汉大学学报, 1979(3): 44-48.
- [14] PLINIO T C, ALBERTO F R, WALTER R T. Apocrine Secretion

of Amylase and Exocytosis of Trypsin along the Midgut of *Tenebrio molitor* Larvae[J]. Journal of Insect Physiology, 2001: 143-155.

- [15] 陈毓荃. 生物化学试验方法和技术[M]. 北京: 科学技术出版社, 2002: 8.
- [16] 江慧芳,王雅琴,刘春国. 三种脂肪酶活力测定方法的比较及改进[J]. 化学与生物工程, 2007, 24(8): 72-75.

责任编辑:赵平

## 杜邦和Biotique System公司将合作研究开发转基因作物

杜邦公司和Biotique System公司达成研发联盟,2家公司将共同合作进行转基因作物的开发和研究。根据协议,Biotique System公司将专有的TITAN和Make-Sense技术提供给杜邦公司,包括次代基因定序、基因标记分析、隐性和显性基因之间的关联技术,杜邦公司将可利用这些技术来开发相关转基因作物,并且对这些开发出来的产品以及它们的遗传学信息持有专有权。(ZP)