

◆ 分析与残留 ◆

# 高效液相色谱法定量分析氟啶脲

张强<sup>1</sup>, 胡敏<sup>1</sup>, 吴兵兵<sup>1</sup>, 李二虎<sup>1</sup>, 刘然<sup>2</sup>

(1. 农业部农药质量监督检验测试中心(天津), 天津 300061; 2. 天津市农业环保站, 天津 300061)

**摘要:** 采用反相高效液相色谱法, 以 C<sub>18</sub> 柱为固定相, 甲醇 + 水为流动相, 用 DAD 检测器在 254 nm 波长下定量测定氟啶脲的含量。本方法的变异系数为 0.240%, 平均回收率为 99.90%, 线性相关系数为 0.999 9。

**关键词:** 氟啶脲; 高效液相色谱; 分析方法

中图分类号: TQ 450.7 文献标识码: A 文章编号: 1671-5284(2006)05-0025-02

## Analytical Method of Chlorfluazuron by HPLC

ZHANG Qiang<sup>1</sup>, HU Min<sup>1</sup>, WU Bing-bing<sup>1</sup>, LI Er-hu<sup>1</sup>, LIU Ran<sup>2</sup>

(1. Supervise and Test Center for Pesticide of Ministry of Agriculture (Tianjin), Tianjin 300061, China; 2. Tianjin Institute for Protection of Agroenvironment, Tianjin 300061, China)

**Abstract:** The quantitative analysis method of chlorfluazuron formulation by HPLC with DAD detector on C<sub>18</sub> column at 254 nm was introduced. The result showed that the coefficient of variation, average recovery and linear correlation were 0.240%, 99.90% and 0.999 9, respectively.

**Key words:** chlorfluazuron; HPLC; analytical method

氟啶脲(chlorfluazuron)属于特异性杀虫剂,通过抑制几丁质合成,阻碍昆虫正常脱皮,使卵的孵化、幼虫脱皮以及蛹发育畸形,成虫羽化受阻,可有效地防治棉花、大豆、玉米、蔬菜、果树、马铃薯、茶、烟叶、森林、公共卫生等的鳞翅目、直翅目、鞘翅目、膜翅目、双翅目等害虫,药效高,对多种益虫安全,是目前有广泛应用前景的优良杀虫剂品种之一,在我国已有多家企业获得登记,但此化合物分析方法在国内尚未见报道。作者根据其理化性质,进行了高效液相色谱分析方法的可行性探索,建立了氟啶脲含量测定的色谱分析方法,该方法具有简便、快速、准确、实用性强等特点。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器与试剂

高效液相色谱仪:美国 Agilent1100 型,带有二极管阵列检测器(DAD);

电子天平(BP211D, max 200 g, d = 0.1 mg);

溶剂:甲醇(色谱纯);水(二次重蒸馏);

标准品:氟啶脲(纯度 99.0%,天津市华宇农药有限公司提供);

样品:5%氟啶脲乳油(天津市华宇农药有限公司提供)。

### 1.2 色谱条件

色谱柱:ZORBOX Eclipse XDB-C<sub>18</sub> 150 mm × 4.6 mm (i.d) 不锈钢柱, 5 μm 填料;流动相:V(甲醇):V(水) = 82:18;流量:1.0 mL/min;柱温:室温;检测波长:254 nm;进样量:1 μL。

上述色谱条件下氟啶脲保留时间为 11.2 min (见图 1、图 2)。

上述色谱条件系典型操作参数,可根据不同的仪器及色谱柱特点,对给定的参数做适当调整以期获得最佳分离效果。

### 1.3 测定步骤

#### 1.3.1 标样溶液的配制

称取氟啶脲标准品 0.05 g (精确至 0.000 2 g) 于

收稿日期:2006-04-26

作者简介:张强(1972—),男,河北遵化人,硕士,从事农药质量检验及农产品农药残留技术研究工作。Tel:022-28032293;013512400982

50 mL 容量瓶中, 甲醇定容, 此溶液为摇匀后待测。

### 1.3.2 试样溶液的配制

称取 5% 氟啶脲乳油样品 1.0 g (精确至 0.000 2 g) 于 50 mL 容量瓶中, 甲醇定容, 摇匀后待测。

### 1.3.3 测定

在上述色谱条件下, 待仪器基线平直后, 连续注入数针标准溶液, 当相连两针的相对响应值变化小于 1.0% 时, 即可按下列顺序进样测定: 标样溶液, 试样溶液, 试样溶液, 标样溶液。

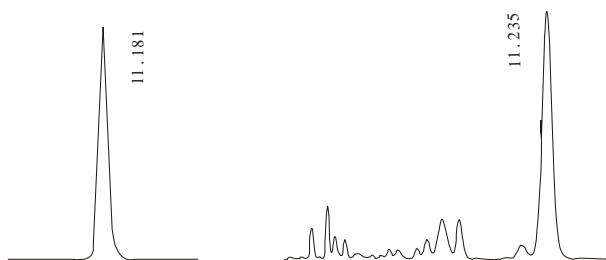


图1 氟啶脲标样色谱图 图2 5%氟啶脲乳油样品色谱图

### 1.3.4 计算

氟啶脲的质量百分比含量  $X$  按下式计算:

$$X = \frac{r_2 \times m_1 \times p}{r_1 \times m_2}$$

式中:

$r_1$  — 为标样溶液中标准溶液中氟啶脲峰面积平均值;  $r_2$  — 为样品溶液中标准溶液中氟啶脲峰面积平均值;  $m_1$  — 为氟啶脲标准品的质量 (g);  $m_2$  — 为试样的质量 (g);  $p$  — 氟啶脲标准品的质量百分含量。

## 2 结果与分析

### 2.1 色谱条件的优化

使用 Agilent 1100 高效液相色谱仪的 3 D 采集数据功能, 获得氟啶脲的吸收波长扫描图。从图中选择最佳吸收波长为 254 nm, 在此波长下, 氟啶脲色谱峰峰型对称, 回基线好。

色谱柱选用常用的烷基覆盖度高的反相填料  $C_{18}$  柱; 根据该化合物特点及摸索测定, 对甲醇、水按不同比例, 在色谱柱上进行选择比较。经测定, 选择  $V$  (甲醇) :  $V$  (水) = 82 : 18 为理想流动相, 当

流速控制在 1.0 mL/min 时, 有效成分与杂质能得到很好的分离, 峰型对称, 基线平稳, 保留时间较短。

### 2.2 线性关系的测定

用 5 个不同浓度的溶液, 在上述色谱条件下分别测定, 分别以不同浓度下氟啶脲的峰面积为纵坐标, 以它们对应的氟啶脲的不同进样质量为横坐标作图。氟啶脲线性方程为  $Y = 59\,049.90 X + 73.26$ , 线性相关系数  $r = 0.999\,9$ 。

### 2.3 精密度测定

对同一个 5% 氟啶脲乳油样品 5 个平行样, 在上述色谱条件下进行平行测定, 计算其标准偏差和变异系数。测得氟啶脲含量平均值为 5.05%, 标准偏差为 0.012, 变异系数为 0.240%, 结果见表 1。

表 1 氟啶脲精密度测量数据

序号	测定值/%	平均值/%	标准偏差	变异系数/%
1	5.06			
2	5.05			
3	5.04	5.05	0.012	0.240
4	5.06			
5	5.07			
6	5.04			

### 2.4 准确度测定

称取 6 个已知含量的氟啶脲样品, 分别定量加入氟啶脲标准品, 在上述色谱条件下测定, 测得氟啶脲的平均回收率为 99.90%。

表 2 氟啶脲准确度测量数据

序号	标准物质添加量/g	测定值/g	回收率/%
1	0.052 45	0.052 38	99.87
2	0.048 11	0.047 85	99.46
3	0.050 37	0.050 62	100.50
4	0.042 72	0.042 77	100.12
5	0.059 40	0.059 13	99.55

## 3 结论

试验结果表明, 用高效液相色谱法测定氟啶脲, 不但被测组分杂质分离效果好, 峰形对称, 柱效高, 而且准确度好, 精密度高, 线性关系好, 是一种实用、方便、有效的检测方法。

## 2007 年《现代农药》征订工作已经开始

邮发代号: 28-304。编辑部全年办理破季订阅。请新老读者及时办理订阅手续。

地址: 南京市螺丝桥大街 80 号《现代农药》编辑部 (210019) 联系人: 顾群

电话: 025-86581148 传真: 025-86581147 E-mail: agrochem@263.com