

文章编号: 1003-8701(2002)S1-0064-03

克·福·唑酮悬浮种衣剂的液相色谱分析研究

王义生, 郑建波, 王广祥, 许秀杰

(吉林省农科院植保所, 吉林 公主岭 136100)

摘要: 采用液相色谱法, 对克·福·唑酮悬浮种衣剂进行定量分析。选用苯基柱, 以甲醇和水为流动相, 种衣剂中各成分得到较好的分离。方法的标准偏差分析为 0.11、0.04 和 0.05, 变异系数分别为 0.74、0.37 和 0.48, 回收率分别为 99.6%~101.0%、98.4%~100.6% 和 99.7%~100.3%。

关键词: 克百威; 福美双; 三唑酮; 种衣剂; 液相色谱

中图分类号: O657.72

文献标识码: A

以杀虫剂和杀菌剂为原料, 经科学筛选出来的三元复配种衣剂, 具有综合防治玉米苗期病虫害等作用。关于单剂的分析方法, 克百威一般采用 HPLC 法或 GC^[1]法, 三唑酮大多采用 GC 法, 福美双大多采用化学滴定法和 HPLC 法^[2]。为了严格控制产品质量, 简化操作程序, 提高方法的准确性, 经反复探索研究, 作者建立了 HPLC 法。在同一色谱条件下, 实现了三元有效成分与杂质的理想分离和定量分析。与其他种衣剂的分析方法相比, 具有柱压低、不用调节电解质和 pH 值、对仪器无损伤等优点。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

日本岛津 LC-10ATVP 高效液相色谱仪; SPD-10AVP 紫外检测器, N-2000 型色谱工作站。

克百威标准品, 含量 99.9%; 福美双标准品, 含量 99.9%; 三唑酮标准品, 含量 99.9%; 甲醇, 色谱纯; 新制二次蒸馏水。

1.2 色谱条件

色谱柱为 hypersil C5H6, 5 μ m 300 mm $\times$ 4.0 mm 不锈钢柱; 柱温为室温; 流动相为甲醇+水=65+35(体积); 流速为 0.6 mL/min; 检测波长 254 nm; 进样量 4 μ L。

在上述色谱操作条件下, 克百威的保留时间为 8.22 min, 福美双的保留时间为 11.24 min, 三唑酮的保留时间为 13.02 min(图 1、图 2)。

1.3 操作步骤

1.3.1 标准溶液的配制

准确称取克百威标准品 0.15 g, 福美双标准品 0.1 g, 三唑酮 0.05 g(分别准确至 0.000 2 g), 放于 100 mL 容量瓶中, 加入甲醇 75 mL 左右, 至超声波振荡器中超声溶解 15 min, 取出至室温用甲醇定容, 摇匀。

1.3.2 样品溶液的配制

称取试样 0.8~1.2 g(准确至 0.000 2 g)于 100 mL 容量瓶中加入甲醇 75 mL 左右, 置超声波振荡器中超声溶解 15 min, 取出至室温用甲醇定容, 摇匀, 用 0.45 μ m 的过滤器过滤 10 mL 左右备用。

1.4 测定与计算

在上述色谱操作条件下, 待仪器稳定后, 注入数针标准溶液, 前后两针进样有效成分峰面积相对偏差小于 1.0%时, 即可按下列顺序进样测定: 标样溶液 $\rightarrow$ 样品溶液 $\rightarrow$ 样品溶液 $\rightarrow$ 标样溶液。

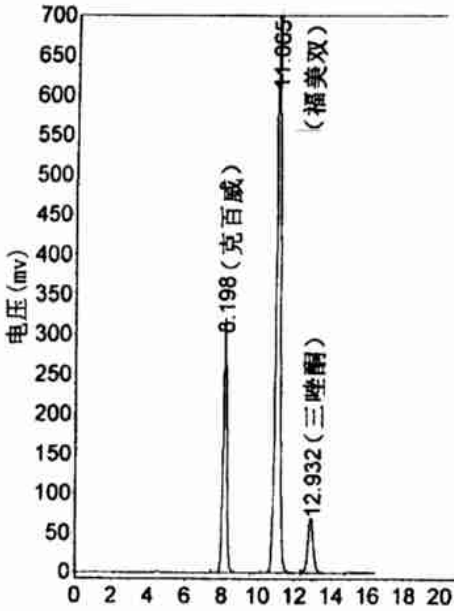


图 1 标样的典型色谱图

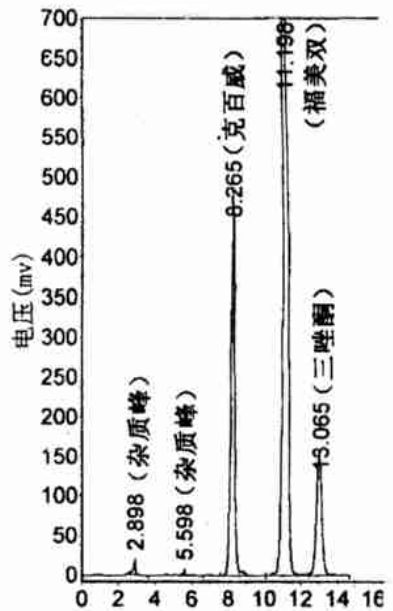


图 2 克·福种衣剂的典型色谱图

克·福·唑酮悬浮种衣剂的各成分质量比百分含量按下式计算:

$$X = \frac{A_2 \times M_1 \times P}{A_1 \times M_2}$$

式中: A_1 为标样中克百威(或福美双或三唑酮)的峰面积; A_2 为试样中克百威(或福美双或三唑酮)的峰面积; M_1 为克百威(或福美双或三唑酮)的标样质量; M_2 为试样质量; P 为标样中克百威(或福美双)的百分含量。

2 结果与讨论

2.1 流动相的选择

采用 C_6H_5 固定相进行反相色谱分析,以甲醇加水为流动相,以不同的体积比例进行试验。当甲醇比例过小时,各组分保留时间长,当甲醇比例过大时,主峰与杂质峰分离不理想。经反复试验,选择甲醇+水=65+35(体积比),各组分保留时间适当,分离效果也较理想。

2.2 波长的选择

不同的波长直接影响谱图的峰面积大小及比例,选择了从 210~275 nm 不同波长的试验,确定波长为 254 nm。结果表明:波长 254 nm 时,各组分谱图的峰面积大,谱图稳定且比例协调。

2.3 精密度的测定

在稳定的色谱操作条件下,同一样品多次重复测定,测其方法的精密度。测定结果表明,其标准偏差克百威为 0.11、福美双为 0.04、三唑酮为 0.05,详细数据见表 1。

2.4 回收率的测定

为了进一步考察该方法的准确性,在已知含量的种衣剂中,分别加入一定量的各标准品,按本方法进行测试,分析其含量,计算回收率。结果表明,克百威的回收率为 99.6%~101.0%,福美双的回收率为 98.4%~100.6%,三唑酮的回收率为 99.7%~100.3%,详细数据见表 2。

2.5 线性关系的测定

分别取 1.3.1 所配的标准溶液 10、8、6、4 和 2 mL 置于 10 mL 容量瓶中,用甲醇定容。在所选的色谱条件下分别进行分析测定,以质量为横坐标,以峰面积为纵坐标,在同一坐标图内,可得到二条直线。克百威线性回归系数为 0.999 2,线性方程为 $y=12\ 684x-19\ 946$;福美双线性回归系数为 0.999 1,线性方程为 $y=34\ 604x+16\ 289$;三唑酮线性回归系数为 0.999 8,线性方程为 $y=10\ 245x-3\ 254$ 。

表 1 精 密 度 测 定 结 果

重 复	1	2	3	4	5	平均	S _x	CV/%
克百威	15.38	15.43	15.63	15.51	15.34	15.46	0.11	0.74
福美双	10.80	10.79	10.85	10.74	10.79	10.79	0.04	0.37
三唑酮	3.01	3.02	3.01	3.04	3.03	3.02	0.05	1.65

表 2 回 收 率 测 定 结 果

序号	理论值(mg)			测定值(mg)			回收率(%)		
	克百威	福美双	三唑酮	克百威	福美双	三唑酮	克百威	福美双	三唑酮
1	150.4	105.2	32.1	152.34	105.8	32.2	101.0	100.6	100.3
2	151.3	105.8	32.4	151.00	105.0	32.4	99.8	99.2	100.0
3	151.3	106.4	32.2	151.53	105.5	32.3	99.7	99.1	100.3
4	151.5	107.5	32.3	151.56	106.8	32.2	99.6	98.4	99.7
5	150.9	106.2	32.2	150.74	105.4	32.3	99.6	99.2	100.3
平均							99.8	99.3	100.1

3 结 论

利用本方法分析克·福·唑酮种衣剂,具有简便、快速、可排除杂质干扰等优点。准确度和精密度均达到色谱分析要求,且不用电解质调解酸碱度,柱压低,对色谱柱无破坏性。另外,因为克百威和福美双在甲醇中的溶解度不大,在超声波溶解时,时间一定要充分,标样与样品在超声波中溶解时间要一致。

参考文献:

[1] 姜淑秀,等·农药气相色谱分析手册[M]·北京:农业部农药检定所,1997.
[2] 白建军·反相高效液相色谱法分析福美双[J]·农药,1998,37(10):27—28.

Determination Carbofuran and Thiram and Triadimefon in Seed Dressing by Reversed Phase of HPLC

WANG Yi-sheng,ZHENG Jian-bo,WANG Guang-xiang,et al.
(Institute of Plant Protection, Jilin Academy of Agricultural Sciences, Gongzhuling 136100,China)

Abstract:It was introduced that the quantitative analysis of carbofuran and thiram,triadimefon in seed dressing by reserved phase HPLC with hypersil C₆H₅ column.The mobile phase was mixture of methanol and distilled water.The standard deviation was 0.11,0.04,0.05,the coefficient of variation were 0.74,0.37,0.48.The recovery rate of the two ingredients were 99.6%~101.0%,98.4%~100.6%,99.7%~100.3%.

Key words:Carbofuran;Thiram;Triadimefon;Seed dressing;HPLC