

文章编号 :1003-8701 (2003)01-0027-03

# 克·福悬浮种衣剂的液相色谱分析研究

王义生<sup>1</sup>, 王海宏<sup>2</sup>, 荆秀华<sup>3</sup>, 郑建波<sup>1</sup>, 蒋文敏<sup>4</sup>

(1. 吉林省农科院植保所, 吉林 公主岭 136100; 2. 通化农业局植保站, 吉林 通化 135000;  
3. 乾安农业技术推广中心, 吉林 乾安 131411; 4. 吉林省公主岭市南崴子农业站 136100)

**摘要**: 采用液相色谱法, 对克·福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, 种衣剂中的成分得到较好的分离。方法的标准偏差分别为 0.11 和 0.04。变异系数分别为 0.74 和 0.37, 回收率分别为 99.6%~101.0% 和 98.4%~100.6%。

**关键词**: 克百威, 福美双, 种衣剂, 液相色谱分析

中图分类号: O657.72

文献标识码: A

以杀虫剂和杀菌剂为原料, 经科学筛选出来的二元复配种衣剂, 具有综合防治玉米苗期病虫害等作用。克百威分析方法一般采用 HPLC 法或 GC<sup>[1]</sup>法, 福美双大多采用化学滴定法和 HPLC 法<sup>[2]</sup>。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, 实现了二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、不用调节电解质调节 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%), 甲醇 (色谱纯), 新制二次蒸馏水。

### 1.2 色谱条件

色谱柱为 hypersil C<sub>5</sub>H<sub>6</sub> 5 μm 300 mm × 4.0 mm 不锈钢柱, 柱温为室温, 流动相以甲醇+水=70+30 (体积)。流速为 0.6 mL/min, 检测波长为 254 nm, 进样量 4 μL。

在上述色谱操作条件下, 克百威的保留时间为 7.16 min, 福美双的保留时间为 9.44 min (图 1, 图 2)。

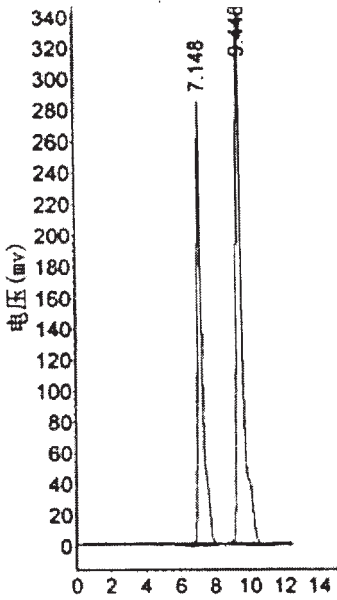
### 1.3 操作步骤

#### 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 (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。

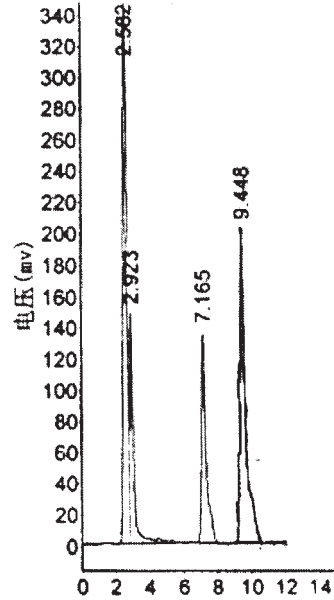
收稿日期: 2001-12-06

作者简介: 王义生 (1973-), 男, 吉林省双辽市人, 吉林省农科院植保所助研, 学士, 主要从事农药分析研究工作。



7.148 为克百威 ,9.448 为福美双

图 1 标样的典型色谱图



2.582、2.923 为种衣剂中杂质峰 ,  
7.165 为克威 ,9.448 为福美双

图 2 克·福种衣剂的典型色谱图

### 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) 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 ,用 0.45 μm 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 ,样品溶液 ,样品溶液 ,标样溶液。

克·福悬浮种衣剂的各成分质量比百分含量按下式计算 :

$$X = (A_2 \times M_1 \times P) / (A_1 \times M_2)$$

式中 : $A_1$  为标样中克百威 (或福美双) 的峰面积 , $A_2$  为试样中克百威 (或福美双) 的峰面积 , $M_1$  为克百威 (或福美双) 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 结果与分析

### 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 =70+30 (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中的峰面积大小及比例 ,选择了从 210 ~ 275 nm 不同波长的试验。结果表明 ,波长为 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。结果表明 ,克百威的标准偏差为 0.11 ,福美双为 0.04 (表 1)。

表 1 精密度测定结果

试 样	重 复					平均	Sx	CV%
	1	2	3	4	5			
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

## 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% ~ 100.5% (表 2)。

表 2 回收率测定结果

重复	理论值(mg)		测定值(mg)		回收率(%)	
	克百威	福美双	克百威	福美双	克百威	福美双
1	150.84	105.2	152.34	105.8	101.0	100.6
2	151.30	105.8	151.00	105.0	99.8	99.2
3	151.93	106.4	151.53	105.5	99.7	99.1
4	151.95	107.5	151.56	106.8	99.6	98.4
5	150.90	106.2	150.74	105.4	99.6	99.2
平均					99.8	99.3

## 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 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  $y=34\ 604x+16\ 289$ 。

## 3 讨 论

利用本方法分析克·福种衣剂,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) 27-28.

## Determination of Carbofuran and Thiram in Seed Dressing by HPLC

WANG Yi-sheng, WANG Hai-hong, JING Xiu-hua, et al.

(Jilin Academy of Agricultural Sciences, Gongzhuling 136100, China)

**Abstract:** The quantitative analysis of carbofuran and thiram in seed dressing was done by reserved phase HPLC with hypersil C<sub>6</sub>H<sub>5</sub> column. The components were well separated by using the mixture of methanol and distilled water as mobile phase. The standard deviation was 0.11, 0.04 respectively, the coefficient of variation were 0.74, 0.37 respectively. the recovery of two components were 99.6% ~ 101.0%, 98.4% ~ 100.6% respectively.

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