

文章编号 :1003- 8701(2012)01- 0046- 03

27%吡·福·多棉花悬浮种衣剂的高效液相色谱分析

王 剑¹,李 芳²,王锁牢^{1*},李广阔¹,李暮春²

(1. 新疆农业科学院,乌鲁木齐 830091; 2. 新疆分析测试研究院,乌鲁木齐 830091)

摘 要:采用液相色谱法,对 27%吡·福·多棉花悬浮种衣剂进行定量分析。选用 Hypersil ods C18 柱,以甲醇、乙腈和水为流动相,以 272 nm 为检测波长,种衣剂中各成分得到较好的分离。方法中吡虫啉、福美双和多菌灵的标准偏差分别为 0.072 4、0.044 3 和 0.053 9,相关系数分别为 0.999 9、0.999 9 和 0.999 9,平均回收率分别为 101.59%、94.61%和 99.11%。

关键词:吡虫啉 + 福美双 + 多菌灵;种衣剂;高效液相;分析方法

中图分类号 :S481

文献标识码 :A

Analysis of 27% ImidaclopridoThiramCarbendazim FS for Cotton Seed Treatment by HPLC

WANG Jian¹, LI Fang², WANG Suo-lao¹, LI Guang-kuo¹, LI Mu-chun²

(1. Xinjiang Academy of Agricultural Sciences, Urumqi 830091; 2. Academy of Instrumental Analysis of Xinjiang Uygur Autonomous Region, Urumqi 830011, China)

Abstract: 27% ImidaclopridoThiramCarbendazim FS for cotton seed treatment was analyzed by HPLC. They were separated and determined by using a 150 × 4.6 mm stainless steel column packed with Hypersil ODS C18, with methanol- acetonitrile- water as the mobile phase and UV detection at 272nm. The method was rapid and accurate. RSD of Imidacloprid, Thiram and Carbendazim were 0.0724%, 0.0443% and 0.0539%, linear correlation coefficients were 0.9999, recovery ratios were 101.59%, 94.61% and 99.11%.

Keywords: ImidaclopridoThiramCarbendazim; FS; HPLC; Analysis method

27%吡·福·多棉花悬浮种衣剂是以杀虫剂和杀菌剂为原料,经科学筛选出来的三元复配的悬浮性种衣剂,对棉花苗期地老虎、棉蓟马和立枯病均有较好的防治效果^[1]。关于几种药剂的分析方法,无论是化学滴定法还是 HPLC 法,文献中均有报道^[4-10]。为了简化操作程序,提高方法的准确性^[2],经反复探索研究,作者建立了在同一色谱条件下,实现了三元有效成分与杂质的理想分离和定量分析的 HPLC 法。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 试验部分

1.1 仪器与试剂

安捷伦 1100Hplc,具有可变波长的紫外检测器,灵敏度(AUFS):0.1;色谱数据处理机:chemstation 工作站;超声波清洗器。

吡虫啉标准品,含量 98.9%;福美双标准品,含量 97.6%;多菌灵标准品,含量 97.0%;甲醇,色谱纯;二次蒸馏水。

1.2 色谱条件

色谱柱:150 × 4.6 mm(i.d)不锈钢色谱柱,内装 Hypersil ods C18 填充物,粒径 5μ m;柱温:(30 ± 1)°C;流速:1.0 mL/min;检测波长:272 nm;流动相:甲醇 + 乙腈 + 水 = 48 + 10 + 42(体积比);过滤器:

收稿日期:2011-10-24

作者简介:王 剑(1977-),男,硕士,副研究员,从事农药与制剂加工研究。

通讯作者:王锁牢,男,研究员,E-mail: xjzbs4@xaas.ac.cn

滤膜孔径约 0.45μ m ,微量进样器 :10μ L ,进样量 , 5μ L ,进样速度 1.0 mL/min,柱压稳定 ,柱温 30℃。

在上述色谱操作条件下 ,吡虫啉的保留时间

约 2.0 min ,多菌灵约 2.6 min ,福美双约 3.7 min (图 1)。

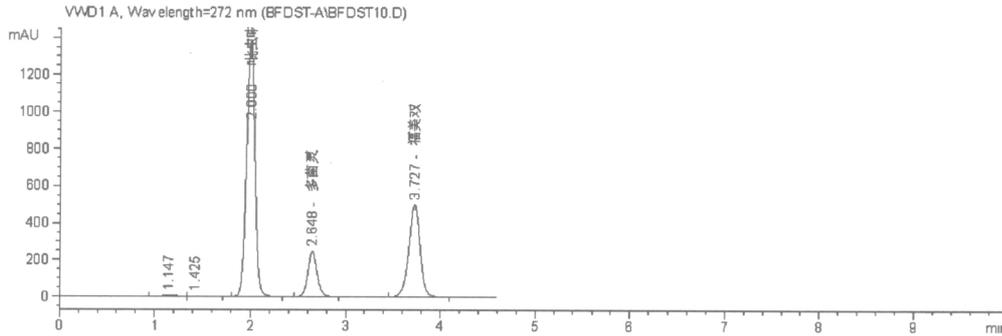


图 1 27%吡·福·多棉花种衣剂高效液相色谱图

1.3 方法

试样用甲醇溶解 ,过滤 ,以甲醇、乙腈和水为流动相 ,使用以 C18 为填充物的不锈钢柱和可变紫外检测器 ,对试样中的吡虫啉、福美双、多菌灵含量进行高效液相色谱分离和测定 ,外标法定量。

1.4 测定步骤

1.4.1 标准溶液的配制

分别称取吡虫啉标准品 88.9 mg、福美双标准品 81.5 mg 和多菌灵标准品 29.6 mg (精确至 0.1 mg) ,置于 100 mL 容量瓶中 ,用甲醇溶解 ,在超声波浴槽中振荡 10 min 后 ,恢复至室温 ,定容至刻度 ,摇匀。用移液管移取此溶液 5.0 mL 至 50.0 mL 容量瓶中 ,用甲醇稀释至刻度 ,摇匀 ,用 0.45μm 孔径滤膜过滤 ,以备作测定液。

1.4.2 样品溶液的配制

称取约含有吡虫啉 88.9 mg (精确称至 0.1 mg)的待测试样 ,置于 100 mL 容量瓶中 ,用甲醇溶解在超声波浴槽中振荡 10 min 后 ,恢复至室温 ,定容至刻度 ,摇匀。用移液管移取 5.0 mL 至 50.0 mL 容量瓶中 ,用甲醇稀释至刻度 ,摇匀。使用前离心 ,用 0.45μm 孔径滤膜过滤 ,待测。

1.5 测定与计算

在给定的色谱操作条件下 ,待仪器稳定后 ,先注入数针标样溶液 ,计算各针峰面积 ,直至相邻两针标样峰面积变化小于 1.5%后 ,按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序测定。将测得的两针试样溶液及试样前后两针标样溶液中吡虫啉(福美双、多菌灵)的峰面积分别进行平均 ,试样中吡虫啉(福美双、多菌灵)用质量分数表示的含量 X_{1(2,3)}(%) 按(1)计算 :

$$X_{1(2,3)} = \frac{r_2 \times m_1 \times P}{r_1 \times m_2} \dots\dots\dots (1)$$

$$X_{总} = X_1 + X_2 + X_3 \dots\dots\dots (2)$$

式中 :

r₂ :试样溶液中吡虫啉(福美双、多菌灵)峰面积的平均值 ;

m₁ :吡虫啉(福美双、多菌灵)标样的质量 ,单位为毫克(mg) ;

P :标样中吡虫啉(福美双、多菌灵)的质量分数 ,% ;

r₁ :标样溶液中吡虫啉(福美双、多菌灵)峰面积的平均值 ;

m₂ :试样的质量 ,单位为毫克(mg) ;

X_总 :种衣剂中总有效成分含量 ,% ;

X₁ : 试样中吡虫啉用质量分数表示的含量 ,% ;

X₂ : 试样中福美双用质量分数表示的含量 ,% ;

X₃ : 试样中多菌灵用质量分数表示的含量 ,%。

2 结果与讨论

2.1 流动相的选择

采用反相色谱分析 ,以甲醇加水为流动相 ,以不同的体积比例进行试验。无论甲醇比例过大或过小 ,三物质主峰与杂质峰分离效果不理想或主峰的峰形效果不佳。经反复试验 ,选择甲醇 + 乙腈 + 水 =48+10+42(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 210~300 nm 不同波长 ,分别对吡虫啉、福美双、多菌灵进行最佳检测波长的试验 ,综合其 3 种药剂最佳检测波长 ,最终确定波长为 272 nm。结果表明:检测波长为 272 nm 时 ,各组分谱图的峰形较好 ,主峰与杂质峰能完全分离 ,谱图

稳定且比例协调。

2.3 精密度的测定

表1 精确度测定结果 %

序号	吡虫啉含量	多菌灵含量	福美双含量
1	12.66	4.18	11.25
2	12.50	4.09	11.13
3	12.52	4.07	11.11
4	12.46	4.06	11.12
5	12.51	4.11	11.15
6	12.47	4.13	11.11
平均含量	12.52	4.11	11.15
标准偏差	0.072 4	0.044 3	0.053 9
变异系数	0.578 3	1.077 9	0.483 4

在稳定的色谱操作条件下,同一样品6次重复测定,测其方法的精密度。测定结果表明,吡虫

啉的含量为(12.52±0.0724)%,多菌灵的含量为(4.11±0.0443)%,福美双的含量为(11.15±0.0539)%。

2.4 回收率的测定

为了进一步考察该方法的准确性,在已知浓度的种衣剂试样中按不同比例分别加入不同量的吡虫啉(福美双、多菌灵)标准品,配成5个已知含量的样品,相同的条件下,测定5个样品的回收率(表2)。结果表明,吡虫啉的回收率为98.63%~105.88%,多菌灵的回收率为94.00%~95.22%,福美双的回收率为95.16%~104.54%,详细数据见表2。

表2 准确度测定结果

名称	样品中质量(mg)	加标准品量(mg)	理论质量(mg)	实测质量(mg)	回收率(%)	平均回收率(%)
吡虫啉	11.39	0.87	12.26	12.14	99.02	101.59
	12.81	2.61	15.42	15.21	98.63	
	13.91	5.22	19.06	20.18	105.88	
	13.86	8.7	22.49	23.67	105.25	
	12.66	12.18	24.79	24.58	99.15	
多菌灵	3.71	0.29	4.00	3.76	94.00	94.61
	4.17	0.87	5.04	4.79	95.04	
	4.53	1.74	6.27	5.97	95.22	
	4.51	2.90	7.41	6.98	94.20	
	4.12	4.06	8.18	7.74	94.62	
福美双	10.16	0.80	10.96	10.43	95.16	99.11
	11.43	2.39	13.82	13.36	96.67	
	12.41	4.78	17.19	17.03	99.07	
	12.37	8.00	20.37	20.39	100.10	
	11.30	11.15	22.45	23.47	104.54	

2.5 线性关系的测定

分别取1.4.1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3条直线。吡虫啉线性回归系数为0.999 9,线性方程为 $y=0.001\ 34+2.092\ 27\times 10^{-4}x$;福美双线性回归系数为0.999 9,线性方程为 $y=0.002\ 52+4.262\ 3\times 10^{-4}x$;多菌灵线性回归系数为0.999 9,线性方程为 $y=-0.010\ 67+0.001\ 47x$ 。

3 结 论

试验结果表明,采用本方法对27%吡·福·多棉花悬浮种衣剂进行有效成分质量分数的定量分析,具有线性关系较好,精密度和准确度高,并且操作简便、快速,是进行产品质量检测较理想的分析方法。

参考文献:

- [1] 王锁牢,李广阔,王 剑,等. 27%吡·福·多悬浮种衣剂的研制[J]. 新疆农业科学, 2005, 42(3): 165-170.
- [2] 于世林. 高效液相色谱方法与应用[M]. 北京: 化学工业出版社, 1999.
- [3] 杨平华. 常用农药使用手册[M]. 成都: 四川科学技术出版社, 2006.
- [4] 刘文杰,万 英,庞新安,等. 高效液相色谱法同时测定土壤中多菌灵、吡虫啉和甲基托布津的残留[J]. 分析测试学报, 2007, 26(1): 133-135.
- [5] 王学贵,张 琴,等. 高效液相色谱测定茶叶中多菌灵的残留[J]. 农药, 2009, 48(1): 55-57.
- [6] 朱凤霞,董 鹏. 多菌灵原药有效成分含量的高效液相色谱测定[J]. 化工标准化与质量监督, 1999(8): 29-30.
- [7] 张惠淳,黄均伟. 16%辛硫磷·福美双悬浮种衣剂高效液相色谱分析[J]. 辽宁农业科学, 2007(4): 26-27.
- [8] 徐 妍,刘苹苹,等. 29%吡虫啉·戊菌隆悬浮种衣剂高效液相色谱分析[J]. 农药科学与管理, 2006, 25(7): 5-8.
- [9] 刘丽华,李桂荣. 吡虫啉·杀虫单混配制剂的高效液相色谱法[J]. 农药科学与管理, 2005, 26(12): 2-4.
- [10] 黄修柱,刘 学,等. 2.5%吡虫啉可湿性粉剂造成棉花药害的技术鉴定[J]. 农药科学与管理, 2007, 25(2): 45-49.