

吡蚜酮原药高效液相色谱分析

刘建华, 张小峰, 季美娟, 刘文华

(南通施壮化工有限公司, 江苏 南通 226005)

摘要 采用反相高效液相色谱外标法,以甲醇-水作为流动相,用C₁₈柱和紫外检测器(300 nm)测定了95%吡蚜酮原药的含量。结果表明,方法的标准偏差为0.1205,变异系数为0.13%,平均回收率为100.07%,线性相关系数为0.944。

关键词 吡蚜酮; 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(2008)10-0741-02

A HPLC Analysis Method for Pymetrozine Technical

LIU Jian-hua, ZHANG Xiao-feng, JI Mei-juan, LIU Wen-hua

(Nantong Shizhuang Chemical Industry Co., Ltd., Nantong 226005, Jiangsu, China)

Abstract: Quantitative analysis of pymetrozine technical was conducted using HPLC with Lichrospher5-C₁₈ column and UV detection at 300 nm. The mobile phase consisted of CH₃OH and H₂O at a ratio of 70:30 (by vol), and flow rate was 1.0 mL/min. Standard deviation, coefficient of variation, average recovery, and linear correlation coefficient were 0.1205, 0.13%, 100.07%, and 0.944, respectively.

Key words: pymetrozine; HPLC; analysis

吡蚜酮(pymetrozine)是瑞士诺华公司于1988年开发的防治蚜虫和粉虱的新型杂环类杀虫剂,具有高效、低毒、高选择性、广谱内吸性、对环境友好、用量低等特点。该产品作用方式独特,主要是影响昆虫的进食行为,使其拒食而死,该药对幼虫和成虫均有效。它能快速渗透到植物叶片中,残效期达一个月以上,与现有杀虫剂无交互抗性,对环境安全无药害,是综合防治比较理想的产品。吡蚜酮作为一个优秀的替代品种,目前国内外还没有统一的标准对其检验,查阅相关文献资料,尚未见有该产品液相色谱方法的报道。在实际工作中,采用了反相高效液相色谱法对吡蚜酮有效成分进行分析,具有简便、快速、准确等特点,在准确度、精密度方面均得到了较为理想的结果。

1 实验部分

试样用甲醇溶解,以甲醇-水(体积比70:30)为流动相,用Lichrospher5-C₁₈柱为分离柱和紫外检测器(300 nm),对试样中的吡蚜酮进行反相高效液相色谱分离和测定,外标法定量。

1.1 试剂与仪器

甲醇:HPLC级;水:二次蒸馏水;吡蚜酮标样:已知含量≥98.0% 95%吡蚜酮原药,由南通施壮化工有限公司提供;过滤器:滤膜孔径为0.45 μm;微量进样器25 μL;色谱工作站:超声波清洗器;Agilent1100高效液相色谱仪;可变波长紫外检测器。

1.2 操作条件

色谱柱:250 mm×4.6 mm(i.d.)不锈钢柱,内填5 μm Lichrospher5-C₁₈填充物;柱温:室温;流动相:甲醇-水(体积比70:30);经0.45 μm孔径的滤膜过滤,并在超声波水槽中超声脱气15 min;流速:1 mL/min;检测波长:300 nm;进样体积:25 μL;保留时间:7.22 min;上述液相色谱条件系典型操作参数,可根据不同仪器的特点作适当调整,以获得最佳效果,典型色谱图见图1、2。

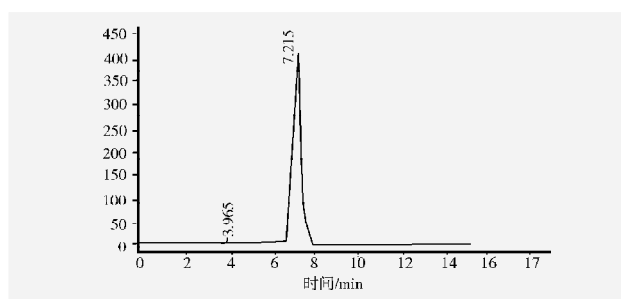


图1 吡蚜酮标样色谱图

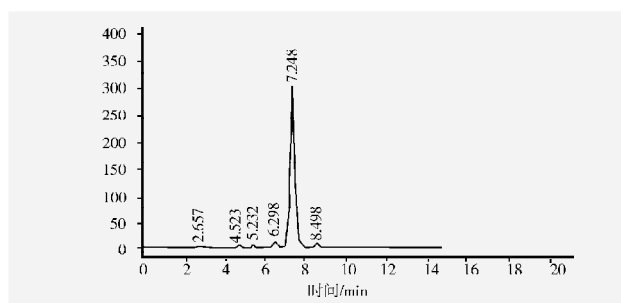


图2 吡蚜酮试样色谱图

收稿日期 2008-07-28

作者简介 刘建华(1962—),男,江苏人,工程师,主要从事农药合成和新剂型研究应用工作。Tel 0513-84819015, E-mail liujianhuasz@163.com。

2 测定步骤

2.1 标准溶液的配制

称取吡蚜酮标准品约 50 mg(精确到 0.2 mg)于 50 mL 容量瓶中,用甲醇定容,置于超声波浴水槽中超声震荡约 10 min,取出降温至室温,用 0.45 μm 滤膜过滤滤液待测。

2.2 测定

在上述操作条件下,待仪器基线稳定后连续注入数针标准溶液,直至相邻 2 针的峰面积变化小于 1.5% 时按标准溶液、试样溶液、试样溶液、标准溶液的顺序进行测定。

2.3 计算

将测得的 2 针试样溶液和试样溶液前后 2 针标准溶液中吡蚜酮的峰面积分别进行平均,以质量百分数 $X(\%)$ 表示的吡蚜酮的含量按下式计算:

$$X(\%) = \frac{A_1 \cdot m_2 \cdot P}{A_2 \cdot m_1}$$

式中: A_1 为标样溶液中吡蚜酮峰面积平均值

A_2 为试样溶液中吡蚜酮峰面积平均值

m_1 为吡蚜酮标样质量(g)

m_2 为试样质量(g)

P 为标样中吡蚜酮的质量分数(%)

3 结果与讨论

3.1 检测波长的选择

用紫外分光光度计对某一质量浓度的吡蚜酮标准溶液做了全波长扫描,其最大吸收波长在 300 nm 左右,因此选择该波长作为检测波长。

3.2 流动相的选择

在分析过程中,为了得到较好的峰形,达到简便、快捷的要求,经多次配比实验,确定流动相为甲醇-水(体积比 70:30)、流速为 1.0 mL/min,分析时间相对较短,峰形尖锐、对称,且保留时间适中,可使样品中有效成分及其杂质得到较好的分离效果。

3.3 线性关系曲线的测定

准确称取吡蚜酮标准品配制成 0.36、0.72、1.08、1.44、1.80 g/L 五个不同浓度进行测定。以吡蚜酮溶液的浓度为横坐标,峰面积为纵坐标作图,其线性方程为 $y=4.1917x+0.375$,相关系数为 0.994。

3.4 方法精密度测定

在上述操作条件下,对同一样品进行 7 次重复测定,求得吡蚜酮的标准偏差为 0.1205,变异系数为 0.13%,样品中有效成分平均含量为 95.82%,见表 1。

表 1 吡蚜酮质量分数试验方法精密度测定结果

吡蚜酮质量分数/%							平均	标准	变异
X 1	X 2	X 3	X 4	X 5	X 6	X 7	值/%	偏差	系数/%
95.82	95.79	96.03	95.74	95.86	95.68	95.82	95.82	0.1205	0.13

3.5 方法的准确度测定

称取 5 份已知准确含量的吡蚜酮试样,分别加入一定量的吡蚜酮标准品,然后按上述方法和操作条件重复测定,测得其平均回收率为 100.07%(见表 2)。方法的准确度能满足分析的需要。

表 2 吡蚜酮含量实验方法的准确度测定结果

测定次数	原样品质量浓度/(g·L ⁻¹)	加入标准品质量浓度/(g·L ⁻¹)	理论质量浓度/(g·L ⁻¹)	实测质量浓度/(g·L ⁻¹)	回收率/%
1	0.023 29	0.025 26	0.048 55	0.048 98	100.89
2	0.025 18		0.050 44	0.050 12	99.97
3	0.024 02		0.049 28	0.049 22	99.88
4	0.024 87		0.050 13	0.050 63	100.99
5	0.021 56		0.046 82	0.046 17	98.61

4 结论

该方法具有定量准确、重复性好、分析速度快、线性关系良好、操作简便等特点。在实际生产过程中能正确指导工业化生产,准确控制产品质量,是分析吡蚜酮原药较为理想的方法。

参考文献:

- [1] 朱永和. 农药大典[M]. 北京: 中国三峡出版社, 2006.
- [2] 朱良天. 农药[M]. 北京: 化学工业出版社, 2004.
- [3] 张臻. 农药分析[M]. 北京: 化学工业出版社, 2006.
- [4] 张晓彤. 液相色谱检测方法[M]. 北京: 化学工业出版社, 2001.

责任编辑 赵平

美国给予 Valent 公司的 Zeal 扩大应用范围的批准

日本住友公司的美国子公司 Valent USA 公司已接受美国有关权威部门关于杀螨剂 Zeal (Yashima 化学公司的 etoxazole, 中文名乙螨唑) 扩大应用范围的批准,即准予它应用在樱桃、忽布和甜瓜上。Valent 已于 2004 年将 Zeal 应用于棉花、梨果和草莓上,自后它又被登记用于葡萄、浆果和不结果的果树上。(Z P)