

高效液相色谱法测定吡虫啉和啶螨灵

何 娟, 常俊标, 郭瑞云, 刘 澎, 林素凤, 陈荣峰, 王 强

(河南省分析测试中心, 河南 郑州 450002)

摘要: 用高效液相色谱法测定二元混配吡啶可湿性粉剂中的吡虫啉和啶螨灵的质量分数。色谱柱为 μ Bondapak C_{18} 柱 (3.9 mm i. d. \times 300 mm), 流动相为乙腈-甲醇-水 (体积比为 60 : 10 : 30), 用二极管阵列检测器, 检测波长为 240 nm, 可得到满意的分离效果。

关键词: 高效液相色谱法; 吡虫啉; 啶螨灵

中图分类号: O658 文献标识码: B 文章编号: 1000-8713(2000)02-0181-02

1 前言

质量分数为 17.5% 的吡啶可湿性粉剂是由吡虫啉和啶螨灵加上适当的助剂和填料复配而成的复配制剂。它是一种高效、低毒的杀虫、杀螨剂, 主要用于防治小麦蚜虫、柑橘螨类虫害。单一测定吡虫啉可采用高效液相色谱法^[1], 测定啶螨灵可采用气相色谱法^[2]。两者复配后, 成分复杂了, 用原来的条件不能同时很好的测定两者的质量分数, 为此我们在 C_{18} 色谱柱上, 通过对不同体系的流动相的优化选择, 建立了一个用高效液相色谱法同时测定吡啶可湿性粉剂中的吡虫啉和啶螨灵质量分数的方法。方法简便、准确、重复性好。

2 实验部分

2.1 仪器与试剂

日本岛津 LC-10A 高效液相色谱仪, SPD-10AVP 二极管阵列检测器, CLASS-LC10 工作站。

实验中所用的试剂、药品均为分析纯, 水为高纯水。

2.2 色谱条件

色谱柱为 μ Bondapak C_{18} 柱 (3.9 mm i. d. \times 300 mm), 流动相为乙腈-甲醇-水 (体积比为 60 : 10 : 30), 流速 1.0 mL/min, 检测波长为 240 nm, 柱温 20 $^{\circ}$ C。

在上述色谱条件下, 吡虫啉的保留时间为 3.16 min, 啶螨灵的保留时间为 9.65 min。

2.3 混合对照品溶液和供试液的制备

分别精确称取吡虫啉标准样品 0.021 g 和啶螨

灵标准样品 0.125 g (精确至 0.000 2 g), 置于 100 mL 容量瓶中, 用甲醇溶解并定容, 摇匀。用移液管吸取该溶液 5.0 mL 于 25 mL 容量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 使用前用 0.45 μ m 的滤膜过滤。同样精确称取样品 0.833 g, 按上述方法配制供试液。

3 结果与讨论

3.1 流动相的选择

吡啶可湿性粉剂为复配农药, 成分较多, 用分别测定单一成分的方法不合适。流动相极性的调节和流速的选择对吡啶可湿性粉剂中的组分的色谱分离有一定的影响。当溶剂极性较强和流速过大时, 出峰时间太短, 样品中的吡虫啉与杂质难以分离。为此我们对流动相的极性及其流速大小进行了多次调整, 确定在 2.2 节所述色谱条件下可达到最佳分离效果 (见图 1)。

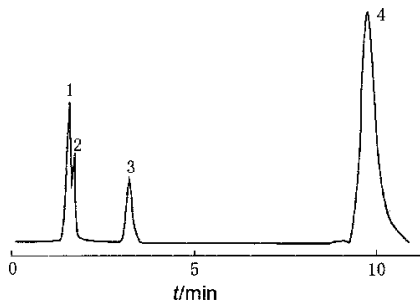


图 1 样品色谱图

Fig. 1 Chromatogram of sample

峰 (Peak): 1, 2. 杂质 (impurity);

3. 吡虫啉 (imidacloprid); 4. 啶螨灵 (damanlin)。

3.2 标准曲线和线性范围

依次精确量取混合对照品稀释液 5, 10, 15, 20, 25 μL 进样, 分别测定两组分的峰面积 A ($n = 3$), 得吡虫啉的质量分数及啶螨灵的质量分数分别为 3.17%, 15.65%。以平均峰面积 A 对两组分的进样量 m (μg) 进行线性回归, 得线性回归方程: 吡虫啉为 $A = -1\ 228.67 + 1\ 246\ 427.38\ m$, $r = 0.999\ 8$; 啶螨灵为 $A = -7\ 208.67 + 2\ 783\ 442.01\ m$, $r = 0.999\ 9$ 。结果表明吡虫啉和啶螨灵分别在 0.21 ~ 1.05 μg , 1.25 ~ 6.25 μg 范围内线性关系良好。

3.3 干扰实验及重复性研究

对加配辅料的两组分复配农药和两组分对照溶液分别进行测定, 结果没有差别。取除两组分外的所有辅料, 按供试品的制备方法操作、测定, 实验结果表明它们均不干扰两组分的分析。取对照品稀释液 10 μL 进样, 连续测定 6 次, 吡虫啉和啶螨灵的 RSD 分别为 0.88% 和 0.76%。

参 考 文 献

- 1 HG 2804-1996. 20% 啶螨灵可湿性粉剂
- 2 曾 晞, 马培舰, 曾 松. 农药, 1997, 36(8): 18~19

Analysis of Imidacloprid and Damanlin by High Performance Liquid Chromatography

HE Juan, CHANG Jun-biao, GUO Rui-yun, LIU Peng, LIN Su-feng,
CHEN Rong-feng, WANG Qiang

(Henan Centre of Analysis and Test, Zhengzhou 450002, China)

Abstract: A new method for determination of imidacloprid and damanlin by using HPLC was established. It was carried out on a $\mu\text{Bondapak C}_{18}$ column (3.9 mm i. d. \times 300 mm) with ACN-MeOH-H₂O (60 : 10 : 30, V/V) as eluent and detected at 240 nm using photodiode array detector. The results of imidacloprid and damanlin were 3.71% and 15.65% respectively. The standard deviations for imidacloprid and damanlin were 0.88% and 0.76% respectively.

Key words: high performance liquid chromatography; imidacloprid; damanlin