

腈吡螨酯30%悬浮剂高效液相色谱分析方法研究

董文凯¹, 郭海霞², 于 荣², 姜宜飞², 石隆平¹, 林 波¹

(1. 山东省农药科学研究院, 山东 济南 250100; 2. 农业部农药检定所, 北京 100125)

Analytical Method of Cyenopyrafen SC by HPLC

Dong Wenkai, Shi Longping, Lin Bo (Shandong Academy of Pesticide Sciences, Shandong Ji'nan 250100, China)

Guo Haixia, Yu Rong, Jiang Yifei (Institute for the Control of Agrochemicals, Ministry of Agriculture, Beijing 100125, China)

Abstract: A method for separation and quantitative analysis of Cyenopyrafen SC by HPLC with acetonitrile and water as mobile phase, ZORBAX SB-C₁₈ column and DAD at 294nm wavelength was described. The result showed that the linear correlation coefficient was 1.000 0, the standard deviation was 0.088, the variation coefficient was 0.29%, the average recovery was 100.21%.

Key words: cyenopyrafen; SC; HPLC; analysis

摘 要: 本文采用高效液相色谱法, 以乙腈+水为流动相, 使用ZORBAX SB-C₁₈色谱柱和二极阵列检测器, 在294nm波长下对试样进行分离和定量分析。结果表明, 该分析方法的线性相关系数为1.000 0, 标准偏差为0.088, 变异系数为0.29%, 平均回收率为100.21%。

关键词: 腈吡螨酯; 悬浮剂; 高效液相色谱; 分析

中图分类号: S482.5*2; O657.7*2 **文献标识码:** A **文章编号:** 1002-5480 (2015)08-42-03

1 前言

腈吡螨酯ISO通用名: cyenopyrafen, CAS号: 560121-52-0, 分子式: C₂₄H₃₁N₃O₂, 化学名称: (E)-2-(4-叔-丁基苯基)-2-氰基-1-(1,3,4-三甲基吡唑-5-基)烯基2,2-二甲基丙酸酯^[1]。腈吡螨酯是日产公司研发的新型吡唑类杀螨剂, 适用于防治果树、茶树、蔬菜上的各种害螨。它水解为羟基形式后对线粒体蛋白复合体Ⅱ表现出优秀的抑制作用, 阻碍电子传递,

破坏氧化磷酸化过程, 从而影响害螨的代谢作用^[2-3]。目前在日本和韩国上市, 商品名为Star-mite。

目前国内有关腈吡螨酯30%悬浮剂的分析方法未见公开报道。本文采用高效液相色谱法, 对腈吡螨酯30%悬浮剂进行定量分析, 该方法操作简便、快速、准确, 分离效果好, 准确度和精密度均能达到定量分析的要求, 可以作为企业生产过程质量控制和质检机构分析检测的参

收稿日期: 2015-02-05

作者简介: 董文凯, 男, 助理工程师, 主要从事农药研究工作。联系电话: 15054165779; E-mail: wkdong@hotmail.com。

考方法。

2 试验部分

2.1 试剂和溶液 乙腈(色谱纯);超纯水(电阻率 $18.2\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$, 25°C);腈吡螨酯标样,已知质量分数99.7%(由农业部农药检定所提供);腈吡螨酯30%悬浮剂(由某公司提供)。

2.2 仪器 高效液相色谱仪:Agilent 1200,具有二极管阵列检测器和自动进样器;Agilent色谱工作站;Millipore超纯水制备系统;色谱柱:250mm $\times$ 4.6mm (i.d.) 不锈钢柱,内装ZORBAX SB-C₁₈ 5 μm 填充物。

2.3 液相色谱操作条件 流动相: ψ (乙腈:水)=90:10;流量:1.0mL/min;柱温:25 $^\circ\text{C}$;检测波长:294nm;进样体积:5 μL ;保留时间:腈吡螨酯约6.5min。腈吡螨酯30%悬浮剂的高效液相色谱图(图1)。

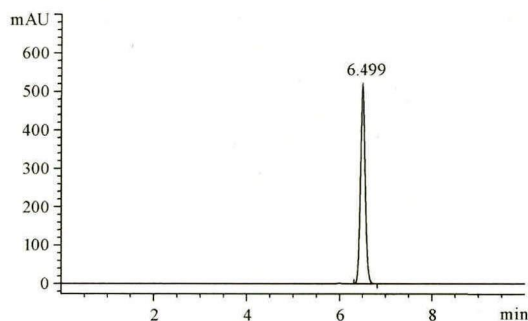


图1 腈吡螨酯30%悬浮剂高效液相色谱图

2.4 测定步骤

2.4.1 标样溶液的配制 称取腈吡螨酯标样0.04g(精确至0.000 02g),置于100mL容量瓶中,用乙腈溶解并稀释至刻度,摇匀。

2.4.2 试样溶液的配制 称取含腈吡螨酯0.04g的试样(精确至0.000 02g),置于100mL容量瓶中,用乙腈溶解并稀释至刻度,摇匀。

2.4.3 测定 在上述操作条件下,待仪器基线稳定后,连续注入数针标样溶液,直至相邻2针标样溶液的响应值相对变化 $<1.5\%$ 后,按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

2.4.4 计算 将测得的2针试样溶液以及试样

前后2针标样溶液中腈吡螨酯峰面积分别进行平均。试样中腈吡螨酯的质量分数 $\omega(\%)$,按下式计算:

$$\omega = \frac{A_2 \times m_1 \times P}{A_1 \times m_2}$$

式中: A_1 —标样溶液中腈吡螨酯峰面积的平均值;

A_2 —试样溶液中腈吡螨酯峰面积的平均值;

m_1 —标样的质量, g;

m_2 —试样的质量, g;

P —标样中腈吡螨酯的质量分数, %。

3 结果与讨论

3.1 色谱条件的选择 通过Agilent 1200高效液相色谱仪的光谱数据采集功能,获得腈吡螨酯的紫外波长扫描图(图2)。从图中可以看到腈吡螨酯最大吸收波长在294nm处,所以将检测波长定为294nm。

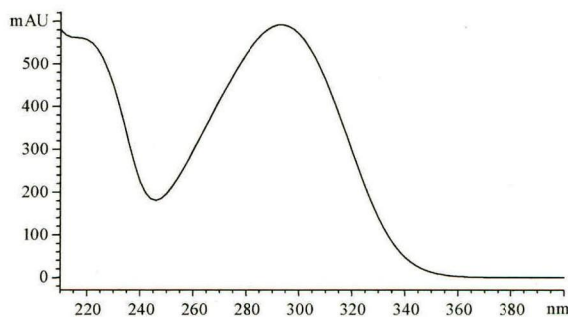


图2 腈吡螨酯紫外吸收谱图

色谱柱选择常规的ZORBAX SB-C₁₈反相柱。依据腈吡螨酯物化性质,用乙腈作为溶剂溶解样品,并选择乙腈和水作为流动相。将流动相按不同比例在色谱柱上进行试验,最终确定流动相为 ψ (乙腈:水)=90:10,在流速1.0mL/min时,有效成分与杂质能得到很好的分离,峰形对称,基线平稳,能在短时间能得到满意的分析结果,提高了工作效率。

3.2 分析方法的线性相关性试验 准确称取5个不同质量的标样,分别置于100mL容量瓶中,用乙腈溶解并稀释至刻度,摇匀,使腈吡螨酯

的质量浓度分别为0.161 2、0.241 7、0.403 0、0.644 6、0.805 8g/L。在上述的色谱条件下,以腈吡螨酯的质量浓度(x , g/L)为横坐标,峰面积(y , mAU)为纵坐标,绘制校正曲线。试验测得腈吡螨酯线性方程为 $y=9\ 823.1x+23.427$,其线性相关系数为1.000 0。结果表明腈吡螨酯在测试的质量浓度范围内线性关系良好。

3.3 分析方法的精密度试验 从同一产品中准

确称取5个试样,在上述色谱操作条件下进行分析,测得腈吡螨酯的标准偏差为0.088,变异系数为0.29% (表1)。

3.4 分析方法的准确度试验 从已知质量分数的腈吡螨酯悬浮剂(30.01%)中称取5个试样,分别加入一定量的腈吡螨酯标样(99.7%),在上述色谱操作条件下进行分析,测得腈吡螨酯的平均回收率为100.21% (表2)。

表1 分析方法的精密度试验结果

编号	1	2	3	4	5	平均值 (%)	标准偏差	变异系数 (%)
腈吡螨酯 质量分数 (%)	30.05	30.14	29.93	29.97	29.94	30.01	0.088	0.29

表2 分析方法的准确度试验结果

编号	试样称样量 (mg)	标样称样量 (mg)	理论值 (mg)	实测值 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)
1	67.31	20.11	40.25	40.33	100.20	100.21
2	69.65	20.33	41.17	41.30	100.32	
3	68.44	20.09	40.57	40.61	100.10	
4	65.61	20.23	39.86	39.92	100.15	
5	64.52	20.59	39.89	40.00	100.28	

4 结论

试验建立了高效液相色谱法检测腈吡螨酯30%悬浮剂中有效成分的分析方法。试验结果表明,腈吡螨酯在测试浓度范围内线性关系良好,方法准确度和精密度较高,具有操作简便、快速的特点,是产品质量控制和应用研究中较为理想的分析方法。

参考文献

- [1] Alan wood. Cyenopyrafen[DB/OL]. <http://www.alanwood.net/pesticides/cyenopyrafen.html>.
- [2] 赵平,严秋旭,李新. 新型杀螨剂Cyenopyrafen[J]. 农药, 2012(10):750-751.
- [3] 陈小阳,刘兴平,李谦和. 腈吡螨酯及其异构体的合成与生物活性研究[J]. 精细化工中间体, 2014(6):17-19.