

◆ 农药分析 ◆

18%四唑虫酰胺悬浮剂高效液相色谱分析方法

李卫, 张月, 贾浩然, 李保同*

(江西农业大学 农学院 南昌 330045)

摘要:建立高效液相色谱法检测四唑虫酰胺有效成分分析方法。利用ZORBAX XDB-C₁₈反相色谱柱,乙腈+水为流动相,在波长262 nm处进行分析测定。四唑虫酰胺的线性相关系数为1.000,标准偏差为0.120,变异系数为0.67%,平均回收率为100.63%。该方法操作简便,结果准确,满足四唑虫酰胺定量与定性分析要求。

关键词:四唑虫酰胺;高效液相色谱;分析

中图分类号:TQ 450.7 文献标志码:A doi:10.3969/j.issn.1671-5284.2019.04.010

Analysis of Tetraniliprole 18% SC by HPLC

Li Wei, Zhang Yue, Jia Hao-ran, Li Bao-tong*

(College of Agronomy Jiangxi Agricultural University, Nanchang 330045, China)

Abstract: A method for determination of tetraniliprole SC was established by HPLC. The chromatographic conditions were systematically investigated by HPLC with XDB-C₁₈ column, the mixture solution of acetonitrile and water as the mobile phase, ZORBAX XDB-C₁₈ column was chromatographic column, and UV detector wavelength at 262 nm. The linear correlation coefficient for tetraniliprole was 1.000, the standard deviation was 0.120, the variation coefficient was 0.67%, and the average recovery rate was 100.63%.

Key words: tetraniliprol; HPLC; analysis

四唑虫酰胺(tetraniliprole)是拜耳公司研发的新型双酰胺类杀虫剂,结构式见图1,其用于防治鳞翅目、鞘翅目和双翅目害虫^[1-2]。目前四唑虫酰胺还处于田间试验阶段,其制剂分析方法在国内外报道较少^[3]。本文建立高效液相色谱法检测四唑虫酰胺有效成分分析方法,本法操作简便快速、结果准确,可用于四唑虫酰胺制剂的定量分析。

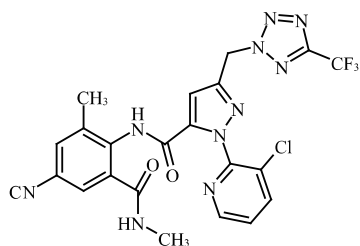


图1 四唑虫酰胺结构式

1 实验部分

1.1 实验仪器与试剂

Agilent 1260型高效液相色谱仪(配自动进样装置);色谱柱:Zorbax Eclipse XDB-C₁₈色谱柱(4.6 mm × 150 mm, 5 μm);SB-5200DT超声波清洗器;过滤器:0.22 μm过滤膜。

乙腈(色谱纯),西陇科学股份有限公司;超纯水;四唑虫酰胺标准品(≥99%)、18%四唑虫酰胺悬浮剂,拜耳作物科学(中国)有限公司。

1.2 色谱条件

梯度洗脱条件:以乙腈+水为流动相,0~2.0 min, V_{乙腈}:V_水=58:42, 2.1~3.0 min, V_{乙腈}:V_水=95:5, 3.1~3.2 min, V_{乙腈}:V_水=58:42。流速:0.8

收稿日期:2018-11-28

基金项目:“十三五”国家重点研发计划(2017YFD0301604)、江西省科技支撑计划(20151BBF60070)

作者简介:李卫(1995—),男,江西省崇仁市人,硕士,主要从事农药应用研究。E-mail:davili6017@163.com

通讯作者:李保同(1966—),男,江西省崇仁市人,教授,博士生导师,主要从事农药学研究。E-mail:libt66@163.com

mL/min;进样体积:10 μ L;检测波长:262 nm;四唑虫酰胺保留时间约3.8 min。

1.3 测定步骤

1.3.1 标准溶液配制

称取四唑虫酰胺原药0.01 g(精确至0.000 1 g),置于100 mL容量瓶中,用80 mL乙腈溶解,超声波水浴10 min,冷却至室温,用乙腈定容并摇匀,得100 mg/L四唑虫酰胺标准溶液。溶液过滤膜,置于4℃冰箱备用。

1.3.2 试样溶液配制

称取18%四唑虫酰胺悬浮剂0.056 g(精确至0.000 1 g),置于100 mL容量瓶中,用80 mL乙腈溶解,超声波水浴10 min,冷却至室温,用乙腈定容并摇匀,得100 mg/L四唑虫酰胺试样溶液,溶液过滤膜,置于4℃冰箱备用。

1.3.3 测定

在上述色谱操作条件下,待仪器基线稳定后,连续注入数针标样溶液,直至相邻2针的峰度变化小于1.5%后,按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序依次进行测定。用外标法分别计算四唑虫酰胺的含量,四唑虫酰胺标溶液样色谱图见图2,试样溶液色谱图见图3。

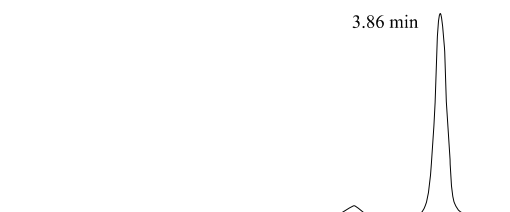


图2 四唑虫酰胺标样色谱图

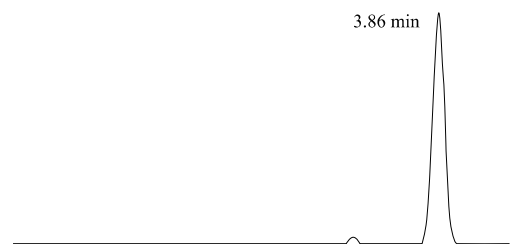


图3 18%四唑虫酰胺悬浮剂试样色谱图

1.4 计算

经上述方法测得标样溶液和试样溶液中四唑虫酰胺的峰面积,根据下列公式外标法计算试样中四唑虫酰胺的质量分数 $w(\%)$ 。

$$w = \frac{A_2 \times m_1 \times P}{A_1 \times m_2} \times 100$$

式中: A_1 为标样溶液中四唑虫酰胺峰面积, A_2 为试样溶

液中四唑虫酰胺峰面积, m_1 为四唑虫酰胺标样的质量,g, m_2 为四唑虫酰胺试样的质量,g, P 为标样中四唑虫酰胺的质量分数,%。

2 结果与讨论

2.1 检测波长的选择

取100 mg/L四唑虫酰胺标样溶液放入紫外分光光度计中,选择200~400 nm波长下扫描,获得相应的紫外吸收光谱图见图4。由图4可知,四唑虫酰胺最大吸收波长在210 nm,262 nm波长处吸收较好。由于溶剂乙腈在波长小于220 nm时也有较强的吸收峰,为了避免其对样品分析产生影响,所以最终选用262 nm作为检测波长。且在262 nm条件下,四唑虫酰胺与杂质可有效分离。

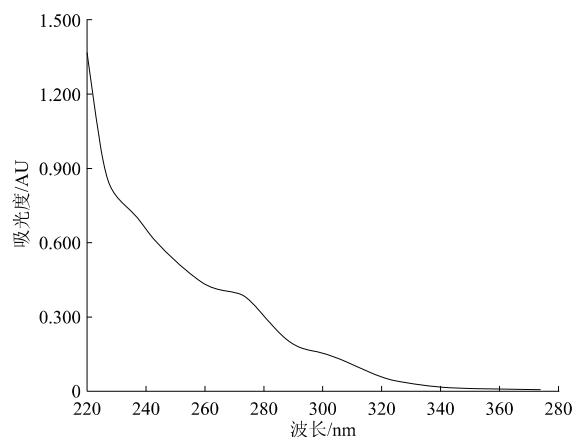


图4 四唑虫酰胺紫外吸收光谱图

2.2 流动相的选择

分别选用乙腈+水、甲醇+水2种体系,按不同比例为流动相,采用Zorbax Eclipse XDB-C₁₈色谱柱进行分析试验。结果显示,选用甲醇+水为流动相时,有效成分与杂质不能较好分离。选用乙腈和水作为流动相,当乙腈比例较小时,保留时间长,检测效率降低,而当乙腈比例较大,保留时间短且有杂质峰干扰。经反复试验,梯度洗脱条件定为:以乙腈+水为流动相,0~2.0 min, $V_{\text{乙腈}}:V_{\text{水}}=58:42$;2.1~3.0 min, $V_{\text{乙腈}}:V_{\text{水}}=95:5$;3.1~3.2 min, $V_{\text{乙腈}}:V_{\text{水}}=58:42$ 。在此梯度条件下,仪器基线平稳,色谱峰保留时间合适,有效成分完全分离,峰形对称。

2.3 方法的线性相关性测定

将四唑虫酰胺配成一系列质量浓度的标准溶液,按照上述色谱操作条件对样品进行峰面积的测定,每个质量浓度重复2次,求其峰面积平均值。分别以质量浓度为横坐标,峰面积作为纵坐标绘图,

得到线性关系曲线。四唑虫酰胺线性回归方程为 $y=26.586x-0.953$ $R^2=1.000$ 。四唑虫酰胺标准曲线如图5所示。

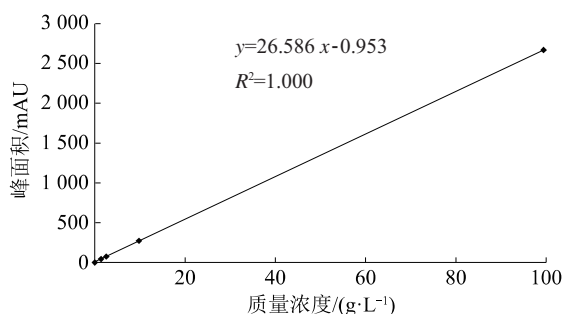


图5 四唑虫酰胺线性关系图

表1 18%四唑虫酰胺悬浮剂精密度测定结果

有效成分	质量分数/%						平均值	标准偏差	变异系数/%
	1	2	3	4	5	6			
四唑虫酰胺	18.07	17.78	17.83	17.84	18.06	18.03	17.94	0.12	0.67

表2 18%四唑虫酰胺悬浮剂准确度测定结果

有效成分	序号	添加后含量/	实测量/	回收率/	平均回收率/
		mg	mg	%	%
四唑虫酰胺	1	0.550 0	0.555 0	100.91	100.63
	2	0.550 0	0.550 3	100.05	
	3	0.550 0	0.554 4	100.80	
	4	0.550 0	0.554 2	100.76	
	5	0.550 0	0.553 7	100.67	
	6	0.550 0	0.553 2	100.58	

3 结论

本试验建立了18%四唑虫酰胺悬浮剂的高效液

2.4 方法精密度测定

从同一18%四唑虫酰胺悬浮剂中称取6份试样,按照上述方法测定四唑虫酰胺的质量分数,验证此分析方法的精密度,计算其标准偏差与变异系数。试验结果表明,四唑虫酰胺的标准偏差为0.12,变异系数为0.67%(见表1)。

2.5 方法准确度测定

在已知含量的18%四唑虫酰胺悬浮剂试样中,分别加入一定量的四唑虫酰胺标样溶液,按照上述色谱操作条件下进行6次添加回收率测定。结果表明,四唑虫酰胺的回收率为100.05%~100.91%,平均回收率为100.63%(见表2)。

相色谱分析方法。该方法精密度和准确度良好,测量快速、简便,适用于四唑虫酰胺的分析检测。

参考文献

- [1] 杨吉春, 吴峤, 王秀丽. 2014年公开的新农药品种 [J]. 农药, 2015, 54 (3): 215-216; 226.
- [2] Fischer R, Funke C, Gesing E R, et al. Tetrazole Substituted Anthranilic Acid Amides as Pesticides: WO, 2010069502 [P]. 2010-06-24.
- [3] 张静, 武鹏, 陈立萍, 等. 四唑虫酰胺种子处理悬浮剂高效液相色谱分析方法研究 [J]. 农药科学与管理, 2017, 38 (5): 48-51.

(责任编辑:陈晨)

(上接第26页)

应得到2-[4-(4-氯苯氧基)-2-三氟甲基苯基]-1-[1,2,4]三唑-1-基丙-2-醇^[6]。

3 小结

总结了氯氟醚菌唑经文献报道的3条合成路线,路线2和路线3路线相对较长,多步涉及到如格氏反应等危险工艺,产生“三废”量大,总收率相对较低。路线1所用原料易得,反应条件温和,路线短,收率高,合成成本低,是相对比较适宜的工业化路线。

参考文献

- [1] Dietz J, Riggs R. Fungicidal Substituted 2-[2-halogenalkyl-4-

(phenoxy)-phenyl]-1-[1,2,4] triazol-1-yl-ethanol Compounds: WO2013007767 [P]. 2013-01-17.

- [2] Zierke T, Gebhardt J. Process for the Preparation of Substituted Oxiranes and Triazoles: WO2014108286 [P]. 2013-01-09.
- [3] Gebhardt J, Saelinger D. Method for Producing 2-[4-(4-chlorophenoxy)-2-(trifluoromethyl)phenyl]-1-(1,2,4-triazol-1-yl)propan-2-ol: WO2017102905 [P]. 2015-12-18.
- [4] Lohmann J K, Haden E. Compositions Comprising a Triazole Compound: WO2014095994 [P]. 2012-12-10.
- [5] T·齐克, J·格布哈特, P·舍费尔, 等. 制备取代环氧乙烷类和三唑类的方法: CN107488154A [P]. 2013-12-18.
- [6] Grammenos W, Boudet N. Substituted [1,2,4] triazole Compounds: WO 2015185708 [P]. 2014-06-06.

(责任编辑:石凌波)