

气相色谱法快速测定杀虫气雾剂中五种拟除虫菊酯的含量

吴志昇

(福建省测试技术研究所, 福建 福州 350003)

摘要:建立了一种杀虫气雾剂中五种拟除虫菊酯(胺菊酯, 苯醚氰菊酯, 炔咪菊酯, 氯氰菊酯, 氯菊酯)测定的气相色谱方法,以癸二酸二丁酯为内标,采用SE-30毛细管柱,以FID为检测器。结果在所考察的浓度范围内具有良好的线性关系,五种拟除虫菊酯相关系数大于0.9999,平均回收率在99.7%~102.1%之间,变异系数小于2%。

关键词:杀虫气雾剂; 5种拟除虫菊酯; 气相色谱法

中图分类号: O657.71 **文献标识码:** A **文章编号:** 1009-8143(2011)05-0052-04

Rapid determination of content of five pyrethroid pesticides in insecticide aerosol by gas chromatography

Wu Zhi-Ao

(Fujian Institute of Testing Technology, Fuzhou, Fujian 350003, China)

Abstract: A method for the determination of content of five pyrethroid insecticides (teramethrin, cyphenothrin, imiprothrin, cypermethrin, permethrin) in insecticide aerosol by GC with SE-30 column and FID detector had been established. It used dibutyl sebacate as internal standard and there was a good linearity. The linear correlation coefficient of five pyrethroid insecticides was more than 0.9999. The average recoveries varied between 99.9 and 102.1%. The coefficient of variations was lower than 2%.

Keywords: atomizing insecticide; five pyrethroid insecticides; gas chromatography

卫生杀虫剂是防治蚊、蝇、和蟑螂等卫生害虫的化工产品,主要应用于人类居住的生活环境,直接关系到人们的身体健康和生命安全。对于胺菊酯、氯氰菊酯、氯菊酯等老一代卫生杀虫剂有效成分分析文献较多^[1-2],而对苯醚氰菊酯^[3]、炔咪菊酯^[4]等新一代卫生杀虫剂有效成分分析文献较少,同时分析气雾剂中这5种成分报道尚未见到,建立一种科学、准确、简便的方法同时测定气雾剂中这5种成分是有必要的。该方法的建立将有利于提高产品质量,对改进生产工艺也能起到指导作用,有利于提高监管手段和监督水平,该方法的建立可为制定标准提供参考。

1 实验部分

1.1 试剂与仪器

Agilent6890N 气相色谱仪:配 FID 检测器;丙酮、癸二酸二丁酯:分析纯(均为国药集团化学试剂有限公司生产);胺菊酯、氯氰菊酯、氯菊酯和苯醚氰菊酯等4种农药标准品(农业部环境保护科研检测所,浓度均为100 μ g/mL)。

1.2 色谱操作条件

色谱柱:SE-30,规格:30 m $\times$ 0.32 mm $\times$ 0.25 μ m;柱温:200 $^{\circ}$ C保持8 min,再以15 $^{\circ}$ C/min升温到275 $^{\circ}$ C保持2 min;气化室温度:260 $^{\circ}$ C;检测器温度:280 $^{\circ}$ C;载气为氮气;柱流量:2.2 mL/min;氢气流量:30 mL/min;空气流量:400 mL/min;尾吹气(氮气):30 mL/min;分流比:20:1;进样量:1 μ L。

在此条件下典型的色谱图见图1~2;组分保留时间:癸二酸二丁酯(内标物)11.872 min,炔咪菊酯

收稿日期:2011-3-28

作者简介:吴志昇(1982-),女,兽医师,主要从事色谱分析工作。E-mail:85578153@qq.com

14.640、15.003 min, 胺菊酯 17.187、17.507 min, 苯醚 21.623 min, 氯氰菊酯 23.389、23.700、24.015min。
 氰菊酯 20.636、20.837、20.954min, 氯菊酯 21.338、

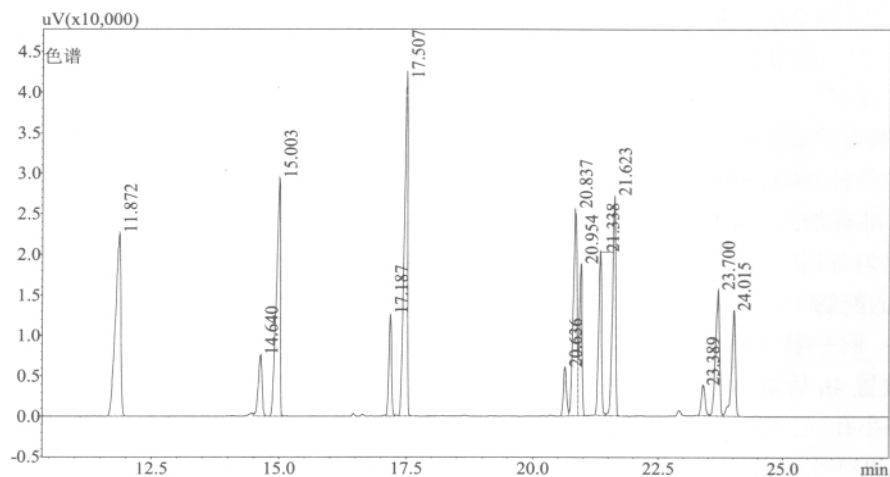


图1 标样色谱图

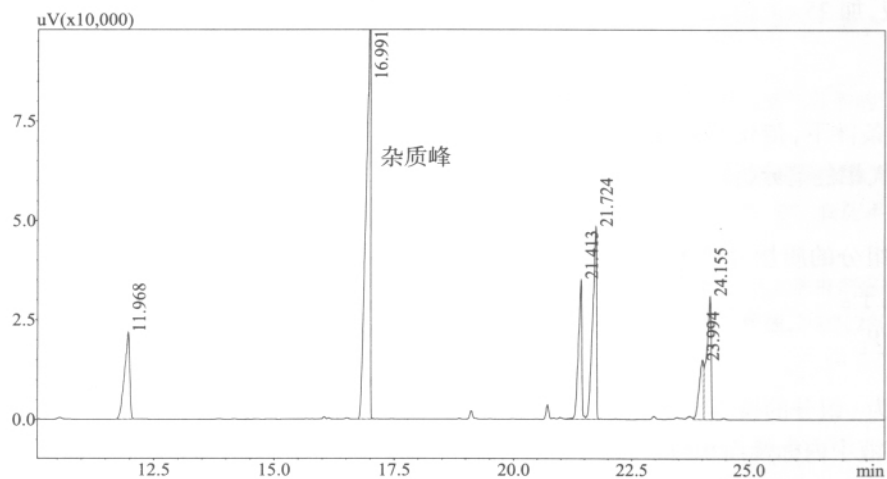


图2 含有氯菊酯、氯氰菊酯样品色谱图

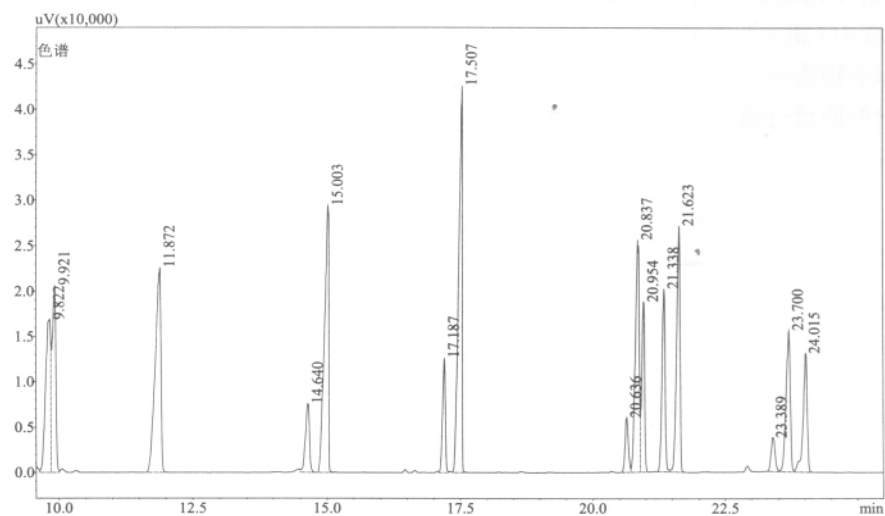


图3 空白加标色谱图

1.3 操作步骤

1.3.1 内标溶液的配制

称取癸二酸二丁酯 2 g (精确至 0.0002 g), 置于 100 mL 容量瓶中, 用丙酮溶解并定容, 摇匀备用。

1.3.2 标准溶液的配制

分别称取胺菊酯、氯氰菊酯、氯菊酯、苯醚氰菊酯、炔咪菊酯标准品各 0.02 g (精确至 0.0002 g) 置于 25 mL 容量瓶中, 准确加入 1.00 mL 内标溶液, 用丙酮溶解并定容, 摇匀备用。

1.3.3 样品溶液的配制

样品预处理: 取一罐气雾剂样品, 将其置于约 -15℃ 低温箱中放置 4h 后取出, 在罐的顶部开一个直径约 0.2mm 的小孔, 在 46℃ 水浴中放置 1h, 让抛射剂缓慢挥发掉, 再将孔扩大, 倒出料液。于 50mL 比色管中准确称取料液 5g (精确至 0.0002g), 加入 1.00 mL 内标溶液, 加 25 mL 丙酮, 充分混匀, 作为待测液。

1.3.4 测定

在上述色谱条件下, 待仪器稳定后, 进行标准溶液和试样溶液气相色谱分析。

1.3.5 计算

试样中待测组分的质量分数 X_i (%) 按式 (1) 和式 (2) 计算校正因子。

$$f_i = \frac{A_{sn} \times m_{si} \times P_i}{A_{si} \times m_{sn}} \quad (1)$$

式 (1) 中: f_i 为 i 组分的校正因子

A_{sn} 为标样溶液中内标峰面积 ($\mu V \cdot s$)

A_{si} 为标样溶液中 i 组分标样峰面积 ($\mu V \cdot s$)

m_{sn} 为标样溶液中内标物的质量 (g)

m_{si} 为标样溶液中 i 组分标准物质的质量 (g)

P_i 为 i 组分标准物质的含量 (%)

试样中 i 组分的质量分数见式 (2) :

$$X_i (\%) = \frac{A_i \times m_{sn}}{A_{sn} \times m} \times f_i \times 100$$

式 (2) 中 X_i 为样品中 i 组分的百分含量 (%)

A_{sn} 为样品溶液中内标峰面积 ($\mu V \cdot s$)

A_i 为样品溶液中 i 组分峰面积 ($\mu V \cdot s$)

m_{sn} 为样品溶液中内标准物的质量 (g)

m 为样品的质量 (g)

2 结果与讨论

2.1 色谱条件的选择

经测定, 所选择的农药有效成分极性均属中低极性, 因此选用极性为中性的 SE-30 色谱柱, 能得到较好的分离。

2.2 内标物的选择

经试验测定, 癸二酸二丁酯的出峰时间较为靠近各组分, 且出峰稳定, 能较好的与其他化合物分离, 且没有杂质影响, 因此选择癸二酸二丁酯作为内标物。

2.3 线性关系和检测限

分别精密称取胺菊酯、氯氰菊酯、氯菊酯、苯醚氰菊酯、炔咪菊酯标准品适量于 10 mL 容量瓶中, 用丙酮溶解并定容, 使溶液中各组分质量浓度为 10g/L, 再将此溶液逐步稀释成质量浓度为 0.04、0.20、1.00、2.00、4.00 g/L 标准系列溶液, 且标准系列溶液中内标物质量浓度为 1.00 g/L, 按 1.2 条件进行测定。以标样与内标物的峰面积比为横坐标, 以标样与内标物质量浓度比为纵坐标, 分别进行标准曲线拟合, 得线性回归方程及相关系数, 根据 3 倍的信噪比计算得方法的最低检出限, 结果见表 1。

2.4 回收率与精密度

取未加农药的气雾剂料液为基质, 分别在其中加入 3 个不同质量分数的胺菊酯、氯氰菊酯、氯菊

表1 5种组分线性方程、相关系数和检出限

组分名称	线形范围 (mg·L ⁻¹)	线性方程 $y=ax+b$	相关系数 r	检出限 %
胺菊酯	0.04~4.00	$3.96e-004x+0.998$	0.999966	0.002
氯氰菊酯	0.04~4.00	$4.27e-004x+1.072$	0.999966	0.002
氯菊酯	0.04~4.00	$4.06e-004x+0.949$	0.999969	0.002
苯醚氰菊酯	0.04~4.00	$5.46e-004x+1.062$	0.999964	0.002
炔咪菊酯	0.04~4.00	$3.04e-004x+0.961$	0.999966	0.002

酯、苯醚氰菊酯、炔咪菊酯标准混合溶液,得添加含量为 0.05%、0.10%、0.20%样品进行回收率实验,每

个水平进行 5 次平行测定,计算回收率和相对标准偏差,结果见表 2。

表2 5种组分回收率和精密度结果 (n=5)

组分名称	加标 0.05%		加标 0.10%		加标 0.20%	
	平均回收率%	RSD%	平均回收率%	RSD%	平均回收率%	RSD%
胺菊酯	99.7	1.2	99.9	1.4	100.1	1.1
氯氰菊酯	100.3	1.7	100.2	1.3	100.5	1.4
氯菊酯	102.1	1.8	101.1	1.5	99.9	0.8
苯醚氰菊酯	100.2	1.1	101.2	1.8	100.2	0.9
炔咪菊酯	99.9	1.6	100.3	1.4	101.3	1.3

3 结论

实验结果表明,采用本方法对杀虫气雾剂中胺菊酯、氯氰菊酯、氯菊酯、苯醚氰菊酯、炔咪菊酯等五种拟除虫菊酯进行定量分析,可以一次性同时测定,线性关系较好,精密度和准确度较高,是一种快速有效的分析方法。

参考文献

- [1] 王广成,高立明,吴春先,等. 0.6%胺菊酯·烯丙菊酯·氯菊酯气雾剂的气相色谱分析 [J]. 现代农药, 2007, 6 (2): 33-35.
- [2] 朱晶.胺菊酯·高效氯氰菊酯气雾剂的气相色谱分析[J].辽宁化工,2003,32 (6) .
- [3] 朱国维,刘海燕.0.5%胺菊酯·苯醚氰菊酯·氯菊酯气雾剂的毛细管气相色谱法分析 [J]. 农药科学与管理,2002,23 (1) 21.
- [4] 姜忠涛,李碧澄,黄秀松.卫生杀虫剂多组分气相色谱分析方法研究[J].农药科学与管理,2007,28 (8) 8-13.