

4 5% 高效氯氰菊脂乳油的气相色谱分析研究

王志波

(福建省农产品质量安全检验检测中心, 福州 350003)

摘要: 本文介绍了以邻苯二甲酸二环己脂为内标物, 对 4 5% 高效氯氰菊脂乳油进行有效成份测定的气相色谱分析法。该方法的相关系数为 0.9997, 标准偏差为 0.0114, 变异系数为 0.25%; 平均回收率为 101.1%。

关键词: 高效氯氰菊脂; 气相色谱; 分析

中图分类号: 0657.7+1 文献标识码: A 文章编号: 1009-8143(2007)02-0065-03

Analysis of 4 5% Beta- cypermethrin EC by Gas Chromatography

Wang Zhibo

(Fujian Inspection and Testing Center for Agricultural Product
Quality and Safety, Fuzhou 350003, China)

Abstract A quantitative analytical method for 4 5% beta- cypermethrin EC by GC was introduced. Dicyclohexyl- o- phthalate was selected as the internal standard. The results showed that the linear correlation coefficient was 0.9997, the standard deviation was 0.0114, the coefficient of variation was 0.25%; and the average recovery was 101.1%.

Key words beta- cypermethrin; gas chromatography; analysis

高效氯氰菊酯是目前应用最为广泛的菊酯类杀虫剂, 与传统的有机磷类农药相比, 具有高活性、广谱、低残留、同时具有触杀和胃毒作用、对人畜安全的优点。被广泛用于多种作物上的多种害虫防治。在常用的国家和化工行业标准中, 其有效成份含量的测定通常都是使用正相高效液相色谱法检测, 准备时间较长, 过程比较繁琐, 而对于用气相色谱法检测却鲜有报道。本文试验了采用气相色谱法对高效氯氰菊脂的测定方法, 该方法稳定、快速, 操作简单, 结果重现性好, 是一种较为实用的分析方法。

1 实验部分

1.1 仪器和试剂

Agilent 6890 气相色谱仪, 配有氢火焰离子化检测器 (FID); 丙酮 (分析纯); 邻苯二甲酸二环己脂 (内标物, 不含有干扰测定的杂质); 高效氯氰菊脂标准品: 已知含量为 99.0% (由北京国家农药质量监督检验中心提供); 4 5% 高效氯氰菊脂乳油样品

(由济南科海有限公司提供)。

2.2 色谱条件

HP-1 石英毛细管柱; 气化室温度 220℃, 检测室温度 280℃, 柱温采用程序升温: 120℃起温, 保持 0.5 min, 接着以 25℃/min 的速率升至 280℃, 保持 3.5 min; 载气 (N₂) 流量 32.5 mL/min, 空气流量 400 mL/min, 氢气流量 55 mL/min, 柱流量 1 mL/min, 尾吹 15 mL/min, 分流比为 20:1; 保留时间: 高效氯氰菊脂约 8.9 min, 邻苯二甲酸二环己脂约 7.5 min。在上述色谱条件下, 高效氯氰菊脂典型气相色谱图见图 1, 2。

1.3 操作步骤

1.3.1 内标溶液的配制 称取内标物邻苯二甲酸二环己脂 1.75 g 置于 100 mL 容量瓶中, 用丙酮溶解并稀释至刻度, 混合均匀。

1.3.2 标准溶液的配制 称取高效氯氰菊脂标准品约 0.1 g (精确至 0.0002 g), 置于一 10 mL 容量瓶中, 用标识为 5 mL 的单标移液管准确加入 5 mL 内标溶液, 并摇匀待测。

收稿日期: 2006-8-9

作者简介: 王志波 (1973~), 男, 工程师, 主要从事农药质量以及残留检测。E-mail: w1731023@163.com

©1994-2010 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

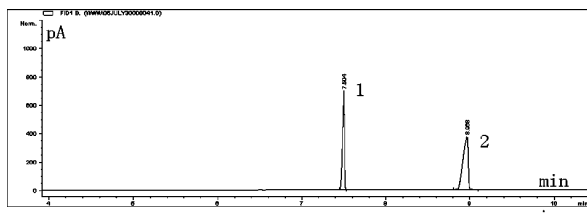


图 1 标样气相色谱图

1 邻苯二甲酸二环己脂 2 高效氯氟菊脂

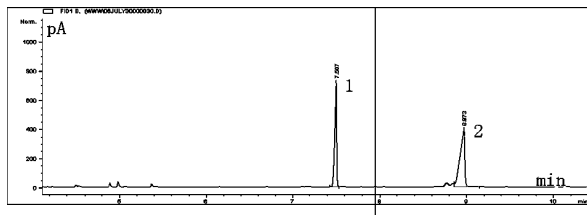


图 2 试样气相色谱图

1 邻苯二甲酸二环己脂 2 高效氯氟菊脂

1.3.3 试样溶液的配制 称取高效氯氟菊脂样品约 2.2 g(精确至 0.0002 g), 置于一 10 mL 容量瓶中, 用同一根 5mL 的单标移液管准确加入 5mL 内标溶液, 并摇匀待测。

1.3.4 测定 在上述色谱条件下, 待仪器基线稳定后, 连续注入数针标准溶液, 待相邻两针的响应值变化 < 1.0% 时, 按照标准溶液、试样溶液、试样溶液、标准溶液的顺序进样测定, 内标法定量。

1.3.5 计算 将测得两针标样溶液和两针试样溶液中高效氯氟菊脂与内标物峰面积之比, 分别进行平均, 以质量百分数表示高效氯氟菊脂的含量 X (%), 按下式计算:

$$X = \frac{R_2 \times m_1 \times p}{R_1 \times m_2}$$

式中: — — — 标样溶液中, 高效氯氟菊脂与内标物峰面积比的平均值; — — — 试样溶液中, 高效氯氟菊脂与内标物峰面积比的平均值; — — — 标样的质量, g — — — 试样的质量, g — — — 标样中高效氯氟菊脂的质量分数, %。

2 结果与分析

2.1 内标物的选择

为了对该样品进行准确的定量测定, 需要选择一合适的内标物, 因此我们将多种常用的内标物进行了实验。结果表明, 在上述色谱条件下, 选用邻苯二甲酸二环己脂作为内标物时, 其与高效氯氟菊脂及杂质均能得到很好的分离, 并且出峰快, 分析时间短, 因此我们选用邻苯二甲酸二环己脂作为该样品分析的内标物。

2.2 方法的线性相关性测定

分别称取不同质量的高效氯氟菊脂标准品 5 份, 各加入 5 mL 内标溶液定容至 10mL, 摇匀。在上述色谱条件下进样检测, 计算峰面积比(表 1), 所得结果以进样的质量浓度为横坐标, 以峰面积的比值为纵坐标绘制的标准曲线(图 3), 对测定结果进行线性相关分析, 其线性回归方程为 $y = 90.504x - 0.0099$, 相关系数为 $R^2 = 0.9997$ 。

表 1 高效氯氟菊脂线性关系测定结果

序号	1	2	3	4	5
高效氯氟菊脂 g/mL	0.00104	0.00309	0.00496	0.00710	0.00905
峰面积比	0.08699	0.27101	0.43120	0.63180	0.81328

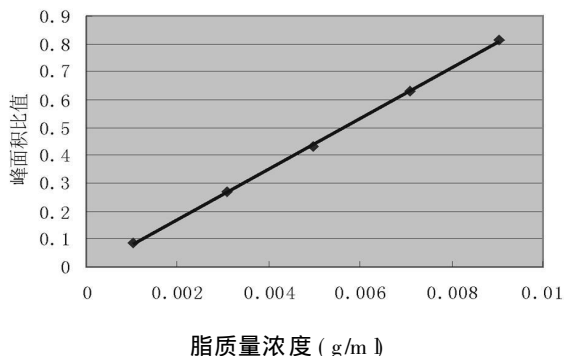


图 3 高效氯氟菊脂的标准工作曲线

2.3 方法的精密度测定

在上述操作条件下, 对同一样品进行 5 次重复测定, 计算结果, 并求出标准偏差和变异系数。经计算得到样品中有效成份的平均含量为 4.51%, 其标准偏差为 0.0114, 变异系数为 0.2528% (表 2)。表明该分析方法精密度良好。

表 2 精密度测定结果

序号	1	2	3	4	5	均值	标准 偏差	变异 系数 %
高效氯 氰菊脂 %	4.51	4.49	4.52	4.50	4.51	4.51	0.0114	0.2528

2.4 方法的准确度测定

称取 5 份已知准确含量的样品, 分别加入一定量的高效氯氰菊脂标准品, 然后按本文所述的方法和操作条件进行重复测定, 测得其平均回收率 101.1% (表 3)。

表 3 添加回收率测定结果

序号	样品中有效成份 质量 (g)	加入标准品 质量 (g)	有效成份应有 质量 (g)	实测值 (g)	回收率 %	平均回收率 %
1	0.09273	0.03170	0.12443	0.12283	98.7	101.1
2	0.10427	0.03422	0.13849	0.14156	102.2	
3	0.09050	0.03107	0.12157	0.12622	103.8	
4	0.10033	0.03227	0.13260	0.12913	97.3	
5	0.09040	0.03192	0.12232	0.12647	103.4	

3 结论

采用本方法分析测定 4.5% 高效氯氰菊脂乳油样品中有效成份的含量, 具有简便、快速、准确的特点, 且结果的重现性、稳定性、分离效果均能满足产品的检验要求, 是一种可行的分析方法。

参考文献

[1]孙文琴. 高效氯氰菊酯水悬浮剂的定量分析方法 [J].

农药, 2000, 39(5): 23- 24.

[2]蔡志敏, 闻柳. 高效液相色谱法测定 20% 高效氯氰菊酯·胺菊酯乳油中氯氰菊酯和胺菊酯的含量 [J]. 云南化工, 2002, 29(6): 36- 37.

[3]王爱芬, 李小鹰. 40.7% 毒死蜱乳油中有效成分毒死蜱的气相色谱分析 [J]. 农药, 2001, 40(7): 25.

欢迎来稿 欢迎订阅《福建分析测试》