

◆ 农药分析 ◆

4-氟-3-苯氧基苯甲醛的气相色谱分析方法

张梅凤^{1,2}, 方浩¹, 杨朝晖², 唐永军², 王智³

(1. 山东大学, 济南 250014; 2. 山东省农药研究所, 济南 250100; 3. 莱阳农学院植物保护学院, 山东青岛 266109)

摘要: 采用气相色谱法对 4-氟-3-苯氧基苯甲醛进行定量测定, 选用氢火焰离子化检测器, 6% OV-17 填充柱, 正二十烷为内标, 气化室和检测器温度为 210, 柱温 160。该方法简单、快速、准确、适用, 标准偏差 0.19, 变异系数 0.20%, 平均回收率 100.0%。

关键词: 4-氟-3-苯氧基苯甲醛; 气相色谱; 分析

中图分类号: O 657.7+1 文献标识码: A 文章编号: 1671-5284(2007)05-0026-02

Gas Chromatographic Analysis of 4-Fluoro-3-phenoxy Benzaldehyde

ZHANG Mei-Feng^{1,2}, FANG Hao¹, YANG Zhao-Hui², TANG Yong-Jun², WANG Zhi³

(1. Shandong University, Jinan 250014, China; 2. Shandong Pesticide Research Institute, Jinan 250100, China; 3. Plant Protection Institute of Laiyang Agricultural College, Shandong Qingdao 266109, China)

Abstract: A method for the determination of 4-fluoro-3-phenoxy benzaldehyde by GC was established, using 1 m × 2 mm glass column packed with 6% OV-101/Chromsorb W HP, n-eicosane as the internal standard. The temperature of injection and detector was 210, column temperature was 160. The method is simple, rapid, accurate and practical. The standard deviation and variation coefficient were 0.19 and 0.20% respectively, and the average recovery was 100.0%.

Key words: 4-fluoro-3-phenoxy benzaldehyde; gas chromatography; analysis

4-氟-3-苯氧基苯甲醛是氟氯氰菊酯、氟氯苯菊酯等拟除虫菊酯杀虫剂的重要中间体^[1], 其分析方法尚未见公开报道。我们采用气相色谱内标法对其进行定量分析研究, 建立了一种简便、快捷、准确测定 4-氟-3-苯氧基苯甲醛的分析方法。

1 试验部分^[2]

1.1 仪器及试剂

气相色谱仪: GC 6890; 氢火焰离子化检测器, N 2000 色谱数据处理系统;

1 m × 2 m (id) 玻璃柱; 柱填充物: OV-17 涂于 Chromsorb W HP (180 ~ 250 μm) 上; *m*(固定液)

m(固定液 + 载体) = 3 : 100;

丙酮 (A. R.);

正二十烷 (A. R.);

4-氟-3-苯氧基苯甲醛标准品 (含量 98%, 山

东省农药研究所自制)。

1.2 色谱条件

柱温: 160 ;

气化室温度: 210 ;

检测器温度: 210 。

气体流速: 载气 (N₂) 22 mL/min; 燃气 (H₂) 22 mL/min; 空气 220 mL/min。

保留时间: 4-氟-3-苯氧基苯甲醛 2.540 min; 内标物 4.707 min。

以上操作参数是典型的, 可根据不同仪器特点, 对给定的操作参数作适当调整, 以期获得最佳效果。

1.3 操作步骤

1.3.1 内标溶液的配制

称取内标物正二十烷 0.52 g (精确至 0.000 2 g)

于 100 mL 容量瓶中, 加入丙酮溶解, 稀释至刻度,

摇匀。

1.3.2 标准溶液的配制

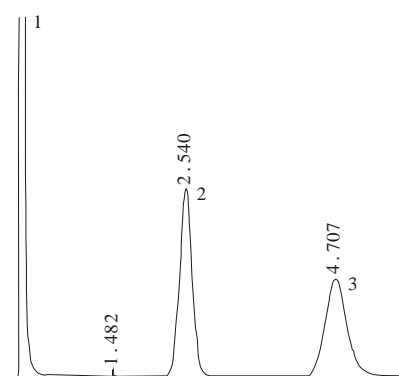
称取4-氟-3-苯氧基苯甲醛标样0.045 g(精确至0.0002 g)于10 mL容量瓶中,用移液管准确移入上述内标溶液5 mL,用乙酸乙酯稀释至刻度,摇匀。

1.3.3 试样溶液的配制

称取含有4-氟-3-苯氧基苯甲醛约0.05 g的试样(准确至0.0002 g)于10 mL容量瓶中,用移液管准确移入上述内标溶液5 mL,用乙酸乙酯稀释至刻度,摇匀。

1.3.4 测定

在上述色谱条件下,待仪器稳定后注入数针标准溶液,待前后两针4-氟-3-苯氧基苯甲醛峰面积与内标物峰面积比值的相对偏差小于1.0%后,即按下列顺序进行测定:标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液。色谱图如图1。



1. 溶剂; 2. 4-氟-3-苯氧基苯甲醛; 3. 内标物

图1 4-氟-3-苯氧基苯甲醛气相色谱图

1.3.5 计算

用两针重复所得数据平均后计算结果,4-氟-3-苯氧基苯甲醛的百分含量按下式计算:

$$X(\%) = \frac{R_2 \times m_1 \times P}{R_1 \times m_2} \times 100$$

式中:

R_1 标样中4-氟-3-苯氧基苯甲醛与内标物峰面积之比平均值;

R_2 试样中4-氟-3-苯氧基苯甲醛与内标物峰面积之比平均值;

m_1 标样的质量, g;

m_2 试样的质量, g;

P 4-氟-3-苯氧基苯甲醛标样的质量百分含量。

2 结果与讨论

2.1 色谱柱的选择

选择了多种固定相进行测定,在固定相为6%OV-101、载体为chromosorb W HP(180~250 μm)的柱上进行测定时,4-氟-3-苯氧基苯甲醛与杂质、内标物得到良好分离,峰形尖锐对称,重现性好,保留时间短。

2.2 线性关系的测定

称取几个质量递增的标准品,分别加入5 mL内标溶液,用丙酮稀释至刻度,摇匀,在所选色谱条件下进行分析测定,并以质量比(ms/mi)为横坐标,峰面积比(A_s/A_i)为纵坐标作图得一直线,见图2。线性回归方程为 $y = 1.0999x - 0.0061$,线性相关系数为0.9999,表明线性关系良好。

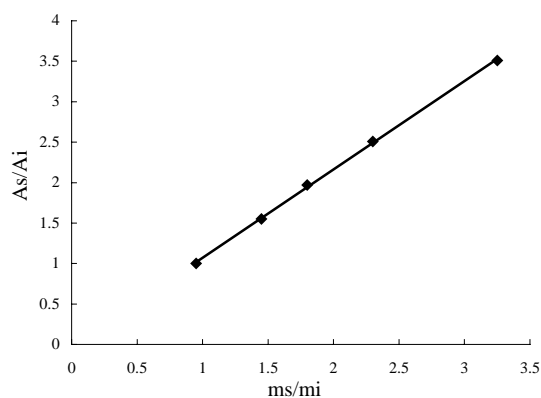


图2 4-氟-3-苯氧基苯甲醛定量分析线性相关图

2.3 精密度的测定

按上述方法和条件准确称取样品6个,平行测定其含量,标准偏差为0.19,变异系数为0.20%。

2.4 准确度的测定

采用添加标准品测定回收率的方法测定准确度,平行5次,测得4-氟-3-苯氧基苯甲醛的平均回收率为100.0%。

3 结论

按本方法测定4-氟-3-苯氧基苯甲醛,具有操作简便、快速、准确度高、精密度高等特点,适用于实验室和工业生产的控制分析。

参考文献

- [1] 沙家骏,张敏恒,姜雅君,等.国外新药品种手册[M].北京:化学工业出版社,1993,74-77.
- [2] 王云生,何伟康.氯氟菊酯及其中间体分析方法[J].农药,1985,(12):6-9.