

# 氯烯炔菊酯原药气相色谱分析方法研究

胡 琴<sup>1</sup>, 吴进龙<sup>2</sup>, 于 荣<sup>2</sup>

(1.甘肃省植保植检站, 甘肃 兰州 730030; 2.农业部农药检定所, 北京 100026)

Analytical Method of Chlorempenthrin By GC

Hu Qin ( Plant Protection and Plant Quarantine Station of Gansu Province, Lanzhou730030)

Wu Jinlong, Yu Rong ( Institute for the Control of Agrochemicals, Ministry of Agriculture, Beijing 100026)

Abstract: A gas chromatographic method for quantitative and qualitative analysis of chlorempenthrin using a HP-5 capillary column and dibutyl phthalate as internal standard was described. The results showed that the linear correlation coefficient was 0.9997, the standard deviation was 0.42, the coefficient of variation was 0.43%, the average recovery was 99.98%.

Key words: chlorempenthrin, GC

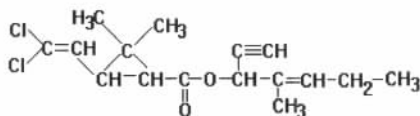
摘 要: 本文介绍了采用气相色谱法用HP-5 (30m×0.32mm×0.25 μm) 毛细管柱, 以邻苯二甲酸二丁酯为内标物, 以氢火焰离子化检测器对杀虫剂氯烯炔菊酯原药进行定性定量分析。结果表明, 该分析方法的线性相关系数为0.9997, 标准偏差为0.42, 变异系数为0.43%, 平均回收率为99.98%

关键词: 氯烯炔菊酯; 气相色谱

中图分类号: S482.3; O657.7<sup>1</sup> 文献标识码: A 文章编号: 1002-5480 (2008)03-12-03

## 1 前言

氯烯炔菊酯是一种高效、低毒的拟除虫菊酯类杀虫剂。化学名称为1-乙炔基-2-甲基戊-2-烯基 (RS) -2, 2-二甲基-3-(2, 2-二氯乙基) 环丙烷羧酸酯, 其结构式为



氯烯炔菊酯对蚊、蝇、蟑螂均有较好的效果, 对害虫击倒速度快。目前氯烯炔菊酯具体分析方法未见报道。本文研究了用HP-5毛细管柱, 以邻苯二甲酸二丁酯为内标物, 氯烯炔菊

收稿日期: 2007-11-01

酯定量分析的方法, 得到了很好的分离效果。此方法操作简单、快速、灵敏度高、重现性好等特点。

## 2 试验部分

2.1 仪器和试剂 气相色谱仪: Agilent6890N, 带氢火焰离子化检测器, 自动进样器和化学工作站; 丙酮: 分析纯; 内标物: 邻苯二甲酸二丁酯, 不应含有干扰分析的杂质; 氯烯炔菊酯标样: 99.13% (农业部农药检定所提供); 氯烯炔菊酯原药 (某公司提供)。

2.2 色谱条件 色谱柱: 30m×0.32mm (i.d) × 0.25 μm HP-5石英毛细管柱; 温度 ( ): 柱室: 170, 气化室200, 检测器室200; 气体流量

(mL/min): 载气(氮气) 1.5, 氢气30, 空气300; 分流比: (50: 1); 进样量: 2.0 μL; 保留时间: 氯烯炔菊酯约12.3min, 邻苯二甲酸二丁酯约17.2min。

上述液相色谱操作条件, 系典型操作参数, 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。氯烯炔菊酯标样和原药的气相色谱图(图1、2)。

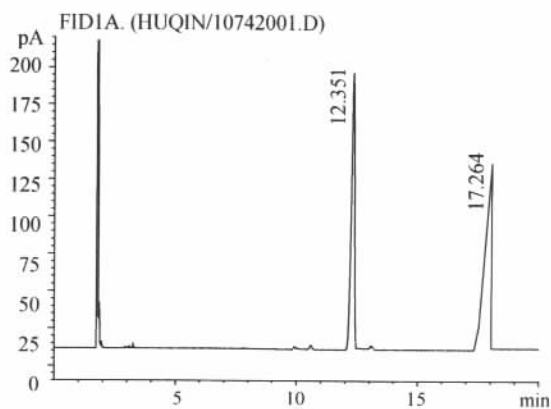


图1 氯烯炔菊酯标样气相色谱图

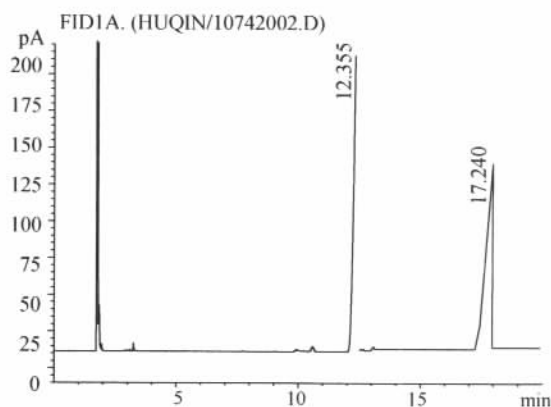


图2 氯烯炔菊酯原药气相色谱图

2.2 测定步骤

2.3.1 内标溶液的配制 称取邻苯二甲酸二丁酯5.0g (精确至0.2mg) 于500mL容量瓶中, 用丙酮溶解, 并稀释至刻度, 摇匀, 备用。

2.3.2 标样溶液的配制 称取氯烯炔菊酯标样50mg (精确至0.2mg), 置于10mL离心管中, 用移液管准确加入5mL的内标液, 摇匀, 备用。

2.3.3 试样溶液的配制 称取含氯烯炔菊酯50mg的试样 (精确至0.2mg), 置于10mL离心管

中, 用和2.3.2中同一支移液管准确加入5mL内标液, 摇匀, 备用。

2.3.4 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。

2.3.5 计算 将测得的2针试样溶液以及试样前后2针标样溶液中氯烯炔菊酯与内标物峰面积之比分别进行平均, 试样中氯烯炔菊酯的质量分数X (%), 按式(1)计算:

$$X = \frac{A_2 \times m_1 \times P}{A_1 \times m_2} \quad (1)$$

式中:

A<sub>1</sub> 标样溶液中氯烯炔菊酯与内标物峰面积比的平均值;

A<sub>2</sub> 试样溶液中氯烯炔菊酯与内标物峰面积比的平均值;

m<sub>1</sub> 标样的质量, g;

m<sub>2</sub> 试样的质量, g;

P 标样中氯烯炔菊酯的质量分数, %。

3 结果与讨论

3.1 分析方法的线性相关性试验 分别称取4组不同质量的标样于10mL离心管中, 用和2.3.2中同一支移液管准确加入5mL内标液, 摇匀, 在上述色谱条件下进行分析, 以质量为横坐标, 以氯烯炔菊酯与其相对应的内标物峰面积比为纵坐标绘制线性相关曲线。氯烯炔菊酯线性方程为y=17.387x+0.03, 其相关系数为0.9997。线性相关性的测定结果(表1、图3)。

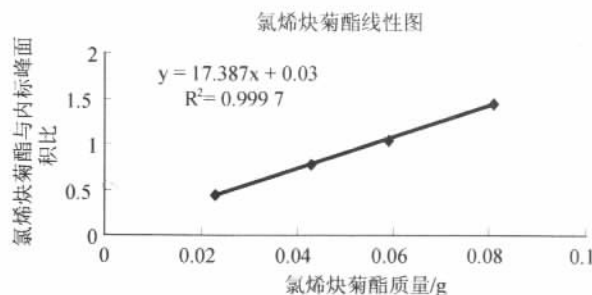


图3 氯烯炔菊酯线性关系图

表1 分析方法的线性相关性试验结果

编号	1	2	3	4
氯烯炔菊酯 质量 (g)	0.023 05	0.042 95	0.058 81	0.080 76
氯烯炔菊酯与内 标物峰面积比	0.433 35	0.779 34	1.041 42	1.440 23

表2 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 (%)
氯烯炔菊酯质量分 数, (%)	98.67	98.04	97.68	97.98	97.59	97.99	0.42	0.43

质量分数的氯烯炔菊酯标样,在上述色谱操作条件下进行分析,测得氯烯炔菊酯的平均回收率为99.98% (表3)。

#### 4 结论

试验结果表明,本方法的准确度和精密度较高,线性关系良好,具有简便、快速、准确及分离效果好的优点,是一种可行的分析方法,适用于产品质量的检测分析。

3.2 分析方法的精密度试验 从同一产品中准确称取5个试样分别置于10mL离心管中,在上述色谱操作条件下进行分析,测得氯烯炔菊酯的标准偏差为0.42,变异系数为0.43% (表2)。

3.3 分析方法的准确度试验 称取5份一定量的试样于10mL离心管中,分别加入一定量的已知

表3 分析方法的准确度试验结果

编号	理论值 (g)	实测值 (g)	回收率 (%)	平均回收率 (%)
1	42.11	42.32	100.50	
2	42.90	42.68	99.49	
3	44.00	43.75	99.43	99.98
4	38.35	38.26	99.77	
5	33.77	34.01	100.71	

(上接第49页) 北京, 农业出版社, 1993

[3] 汪雅谷, 张四荣. 无污染蔬菜生产的理论与实验, 北京, 农业出版社, 2001

[4] 张文吉, 新农药应用指南 (第三版). 北京, 中国林业出版社, 2000

[5] 易齐, 王蔚, 魏伟. 菜田使用农药指南, 北京, 中国科技出版社, 1994

[6] 剧正里. 菜园新农药151种及其使用方法, 北京, 农业出版社, 2000

[7] 张大弟, 张晓红. 农药污染与防治, 北京, 化学工业出版社, 2001

[8] 李生才, 张筱秀, 巩天魁, 等. 果蔬无公害综合用药技术精要, 北京, 中国农业科技出版社, 2001

[9] 张光明. 绿色食品蔬菜农药使用手册, 北京, 中国农业出版社, 2000

[10] 张大弟, 张晓红, 周建平. 农作物农药污染评价及其应用, 上海环境科学, 1993, 12 (7): 18-21

[11] 赵其国, 周炳中, 杨洁. 江苏农产品污染严重, 产品令人担忧, 土壤, 2002, 34 (1): 1-8

[12] 农业部农业司. 中国肥料, 农药实用手册, 北京, 中国农业科技出版社, 1995

[13] 吴文君. 农药学原理, 北京, 中国农业出版社, 2000

[14] 张大弟, 张晓红, 陈佩青. 适合大棚蔬菜的农药评价筛选, 上海环境科学, 1998, 17 (5): 5-9

[15] 张晓红, 张大弟, 陈佩青. 农药在大棚蔬菜上的残留消解, 上海环境科学, 1998, 17 (5): 1-4

[16] 农药残留国家标准汇编. 北京. 中国标准出版社. 1999

