

驱虫花露水中避蚊胺的定量分析研究

王志波

(福建省农产品质量安全检验检测中心 福建 福州 350003)

摘要: 本文介绍了以邻苯二甲酸二丁脂为内标物,对 5% 避蚊胺驱虫花露水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 0.9998,标准偏差为 0.0336,变异系数为 0.6%;平均回收率为 100.8%。

关键词: 避蚊胺;定量;分析

中图分类号: 0657.71 文献标识码: A 文章编号: 1009-8143(2007)02-0110-03

Quantitative Analysis of diethylmethylbenzamide in Drive-worms Floral-water

Wang Zhibo

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

Abstract A quantitative analytical method of 5% diethylmethylbenzamide in drive-worms floral-water by GC was introduced. Diethyl Phthalate was selected as internal standard. The results showed that the linear correlation was 0.9998, the standard deviation was 0.0336, the coefficient of variation was 0.6%; and the average recovery was 100.8%.

Key Words diethylmethylbenzamide; quantity; analysis

避蚊胺 (DEET), 化学名称 diethylmethylbenzamide 是一种广谱昆虫驱避剂,对各种环境下的多种叮人、畜昆虫都有驱避作用,常用于驱赶刺蝇、蠓、黑蝇、恙螨、鹿蝇、跳蚤、蚋、马蝇、蚊子、沙蝇、小飞虫、厩蝇和扁虱等。目前对于其含量的测定缺乏国家或化工行业的标准作为依据,而对于采用气相色谱仪内标法定量检测更鲜有报道。本文尝试了采用气相色谱仪对避蚊胺驱虫花露水中有效成分含量进行内标法测定,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

Agilent6890气相色谱仪,配有氢火焰离子化检测器(FID);丙酮(分析纯);邻苯二甲酸二丁脂(内标物,不含干扰测定的杂质);避蚊胺标准品:已知含量为 99.12% (由福建省梦娇兰日用化学品有限公司提供);5% 避蚊胺驱虫花露水样品(由福建省梦娇兰日用化学品有限公司提供)。

1.2 色谱条件

HP-1石英毛细管柱;气化室温度 220℃,检测室温度 300℃,柱温采用程序升温:120℃起温,保持 0.5min,接着以 25℃/min 的速率升至 280℃,保持 3.5min,载气(N₂)流量 27.7mL/min,空气流量 400mL/min,氢气流量 57mL/min,柱流量 1.2mL/min,尾吹 13mL/min,分流比为 20:1,保留时间:避蚊胺约 4.0min,邻苯二甲酸二丁酯约 5.5min。在上述色谱条件下,避蚊胺典型气相色谱图见图 1。

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丁脂 1.60g 置于 200mL 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 称取避蚊胺标准品约 0.05g(精确至 0.0002g),置于一 10mL 容量瓶中,用标识为 5mL 的单标移液管准确加入 5mL 内标溶液,丙酮定容并摇匀待测。

1.3.3 试样溶液的配制 称取驱虫花露水样品约 1.0g(精确至 0.0002g),置于一 10mL 容量瓶中,用同一根 5mL 的单标移液管准确加入 5mL 内标溶液,丙酮定容并摇匀待测。

收稿日期: 2006-11-23

作者简介: 王志波(1973~),男,工程师,从事农药质量及其残留检测。Email: w173023@163.com.

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

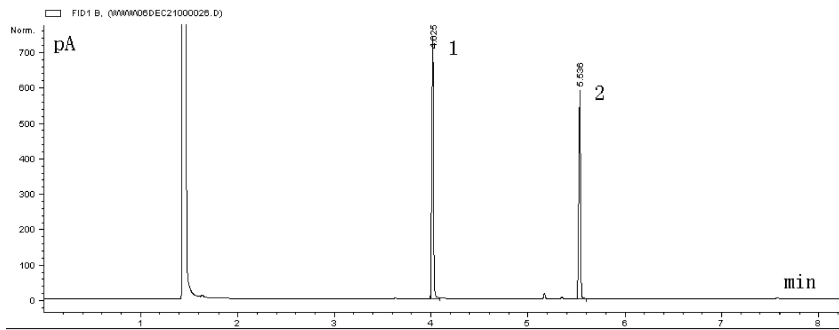


图 1 避蚊胺标样气相色谱图

1 避蚊胺 2 邻苯二甲酸二丁酯

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避蚊胺与内标物峰面积之比,分别进行平均,以质量百分数表示避蚊胺的含量 X (%),按下式计算:

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

式中: R₁ – 标样溶液中, 避蚊胺与内标物峰面积比的平均值; R₂ – 试样溶液中, 避蚊胺与内标物峰面积比的平均值; m₁ – 标样的质量, g m₂ – 试样的质量, g ρ– 标样中避蚊胺的质量分数, % 。

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, 因此我们分别将邻苯二甲酸二环己酯、邻苯二甲酸二丁酯、磷酸三苯酯以及癸二酸二丁酯等当作内标物进行了实验。结果表明, 在上述色谱条件下, 选用邻苯二甲酸二丁酯作为内标物时, 其与避蚊胺及杂质均能得到很好的分离, 并且相距时间近、出峰快, 分析时间短, 因此我们选用邻苯二甲酸二丁酯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避蚊胺标准品 5 份, 各加入 5 mL 内标溶液定容至 10 mL, 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建立坐标系 (图 2), 对测定结果进行线性相关分析, 其线性回归方程为 y= 256.11x- 0.0117, 相关系数为 R² = 0.9998, 线性良好。

表 1 避蚊胺线性关系测定结果

序 号	1	2	3	4	5
避蚊胺 g/mL	0.00145	0.00346	0.00500	0.00731	0.00960
峰面积比	0.36300	0.88207	1.26116	1.84373	2.46045

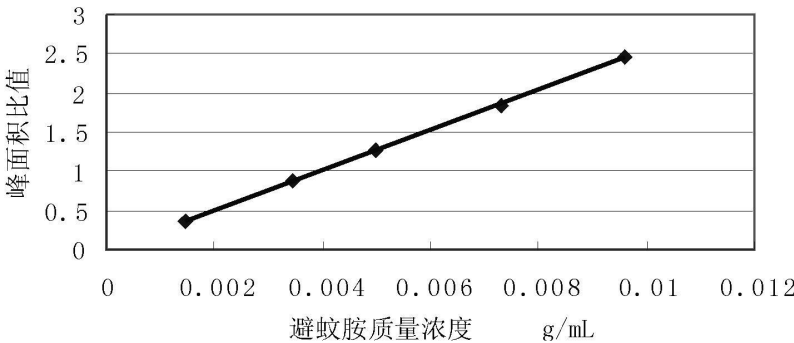


图 2 避蚊胺测定线性关系图

2 3 方法的精密度测定

计算得到样品中有效成份的平均含量为 5.53% , 其标准偏差为 0.0336, 变异系数为 0.6080% (表 2)。表明该分析方法精密度良好。

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

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 /%
避蚊胺 /%	5.57	5.53	5.48	5.54	5.51	5.53	0.0336	0.6080

2 4 方法的准确度测定

称取 5 份已知准确含量的样品, 分别加入一定量的避蚊胺标准品, 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 100.8% (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	0.1130	0.0522	0.1652	0.1747	105.7	100.8
2	0.1164	0.0540	0.1704	0.1788	104.9	
3	0.1107	0.0551	0.1658	0.1607	96.9	
4	0.1240	0.0508	0.1748	0.1628	93.1	
5	0.1139	0.0524	0.1658	0.1712	103.3	

3 结论

参考文献

采用本文方法分析测定 5% 避蚊胺驱虫花露水样品中有效成份的含量, 具有简便、快速、准确的优点, 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。

[1] 刘超. 毛细管气相色谱法测定驱蚊产品中避蚊胺等 8 种驱蚊剂 [J]. 日用化学工业, 2002, 32(3): 69- 71.

[2] 高静, 高申. 避蚊胺微球载药量的 HPLC 测定 [J]. 中国医药工业杂志, 2005, 36(9): 572- 573.