

多虫灵浓悬剂的 HPLC 分析

刘丰茂^① 范志金^② 钱传范

(应用化学系,农业部农药化学及农药使用技术重点开放实验室)

Analysis of α -cypermethrin in Dominex SC by HPLC

Liu Fengmao Fan Zhijin Qian Chuanfan

(Dept. of Applied Chemistry, Key Laboratory of Pesticide Chemistry &
Pesticide Application Technique of Ministry of Agriculture)

本试验对多虫灵浓悬剂产品中的 α -氯氰菊酯进行了 HPLC 分析测定。

试剂及仪器 多虫灵浓悬剂由 FMC 公司提供; α -氯氰菊酯标样(99.3%)由 FMC 公司提供; 乙酸乙酯, A. R.; 异辛烷, A. R.; 石油醚, A. R. (重蒸, 沸程 60~90℃); VISTA 5500 高效液相色谱仪, 美国 Varian 公司; UV200 可调波长紫外检测器, 美国 Varian 公司; BFS7510 A(H) 色谱数据处理器; 容量瓶, 25 mL, 50 mL。

色谱条件 色谱柱: 不锈钢柱, 内填 Silica (5 μ m 粒径), 30 cm \times 4 mm; 柱温: 40℃; 流速: 1.5 mL \cdot min⁻¹; 流动相: 石油醚 + 乙酸乙酯 = 98 + 2 (V/V); 检测器波长: 278 nm; 灵敏度: 0.1 AU/mV; 进样量: 20 μ L; 出峰时间: 9.25 min; 纸速: 2 mm \cdot min⁻¹。

操作步骤 ①标准溶液的配制: 准确称取 α -氯氰菊酯标样 0.05 g (准确至 0.000 1 g) 于 25 mL 容量瓶中, 加乙酸乙酯 5 mL, 振荡使其完全溶解, 然后用异辛烷定容至 25 mL, 再将母液用乙酸乙酯 + 异辛烷 = 1 + 4 混和液 (V/V) 稀释成 100, 200, 300, 400, 500 mg \cdot kg⁻¹ 共 5 个浓度。②样品溶液的配制: 准确称取 6 份 0.2 g (准确到 0.000 1 g) 样品于 50 mL 容量瓶中, 加入 10 mL 乙酸乙酯, 振荡使样品完全溶解, 再用异辛烷定容, 微孔过滤器过滤后待测。③测定: 按前述色谱条件测定标样溶液, 制作标准曲线, 同样条件测定样本溶液, 用峰高定量。

结果与讨论 ①标准曲线及精密度实验: 在上述色谱条件下测定不同浓度标准溶液的峰高, 绘制浓度-峰高标准曲线, 标准曲线方程为 $y = 1.4286 + 0.2174x$, 相关系数为 0.999 4, 同时测得样品中的 α -氯氰菊酯的含量为 4.88% (6 次测定平均值), 其标准偏差为 3.84%, RSD 为 0.79%。②准确度实验: 用标准品配成不同浓度的溶液, 加到已知含量的多虫灵样本中, 按上述色谱条件, 测定回收率, 三次测定结果平均值为 99.08%。③本试验用溶剂溶解样本后, 可直接进样, 操作简便, 分析周期短, 方法精密度与准确度都能满足质量检测要求。

收稿日期: 1998-02-26

①刘丰茂, 北京圆明园西路 2 号中国农业大学(西校区), 100094

②范志金, 四川师范大学化学系, 610066