

# 哒螨灵样品主含量分析

金迁

(浙江福立分析仪器股份有限公司, 浙江 温岭 317500)

**摘要:** 采用含有内标的二氯甲烷稀释样品, 使用带有氢火焰离子化检测器的气相色谱仪测定, 内标法定量, 采用气相色谱-质谱确证阳性结果。

**关键词:** 气相色谱法; 检测方法; 哒螨灵

## 1 样品信息

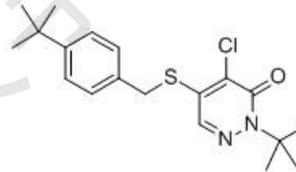
中文名称: 速螨灵; 哒螨酮; 牵牛星; 2-叔丁基-5-(4-叔丁基苄硫基)-4-氯哒嗪-3-(2H) 酮。

分子式: C<sub>19</sub>H<sub>25</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>2</sub>S

分子量: 364.93

性状: 纯品为白色无味结晶固体。

熔点: 111-112°C



## 2 检测方法

参照 GB/T 28130-2011 《哒螨灵原药》

## 3 溶液配制

- 1) 邻苯二甲酸双环己酯 (内标物) 溶液配制: 准确称取 0.25g (精准至 0.0002g) 内标物, 用二氯甲烷溶解, 定容至 25mL 容量瓶中, 摇匀;
- 2) 对照品溶液配制: 准确称取哒螨灵对照品 (98.5%) 0.05g (精准至 0.0002g) 置于具塞玻璃瓶中, 用移液管准确移取 5mL 内标物溶液, 摇匀, 再稀释 3 倍, 摇匀, 待测;
- 3) 试样溶液配制: 准确称取哒螨灵试样 0.052g (精准至 0.0002g) 置于具塞玻璃瓶中, 用移液管准确移取 5mL 内标物溶液, 摇匀, 再稀释 3 倍, 摇匀, 待测。

## 4 色谱条件

仪器: 福立气相色谱仪(GC-9720)+自动进样器

检测器: FID 氢火焰检测器

色谱柱: RB-1701/30m\*0.32mm\*0.5um

载气: N2 恒流: 3.0mL/min 分流比: 40: 1

COL: 270°C

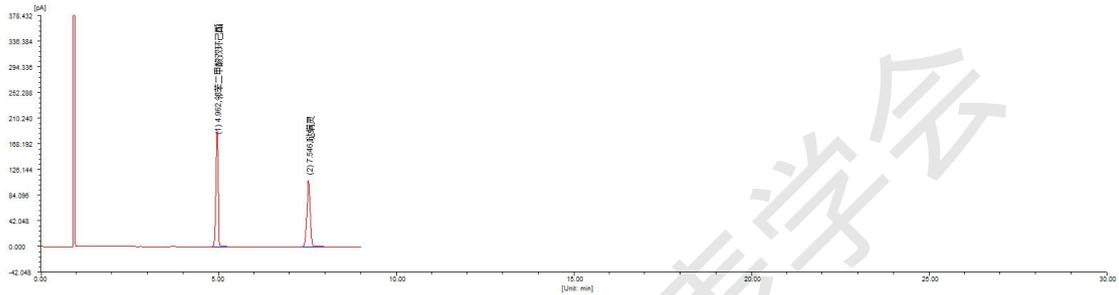
INJ: 280°C DET: 270°C

进样量: 1.0ul (溶剂: 二氯甲烷)

定量方法: 内标法

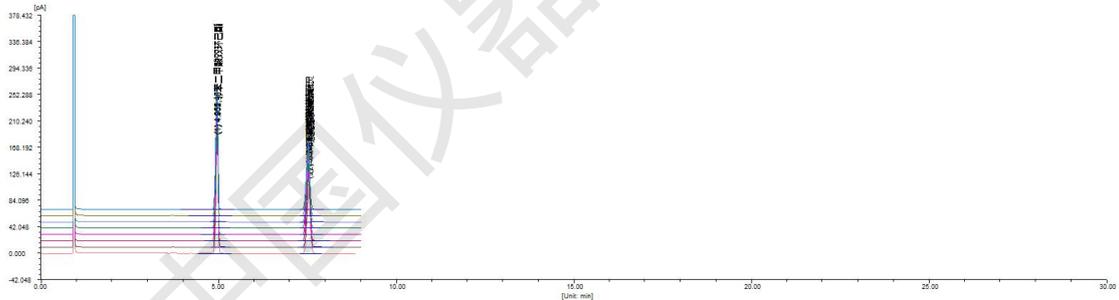
## 5 自动进样测定结果

### 5.1 对照品溶液的典型谱图



峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[%]	
1	邻苯二甲酸双环己酯	4.962	0.075	189393.0	911630.2	52.5716	52.5716	
2	吡螨灵	7.546	0.116	109174.0	822442.2	47.4284	47.4284	
				总计:	298567.0	1734072.4	100.0000	100.0000

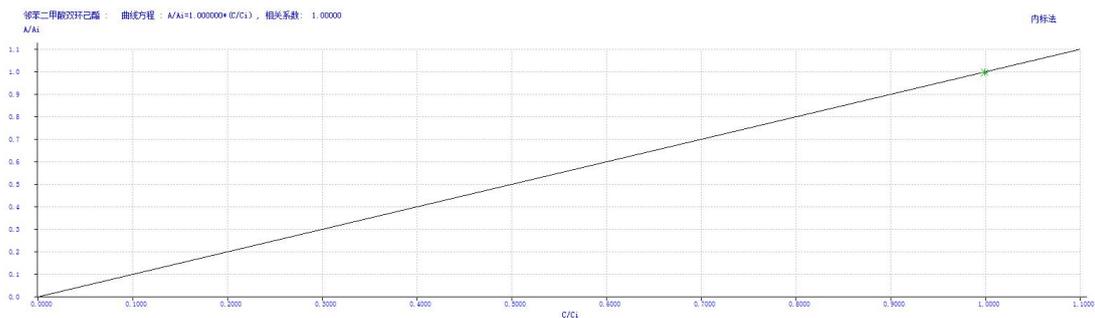
### 5.2 连续 8 针对照品溶液的多重谱图及结果 (自动进样器)



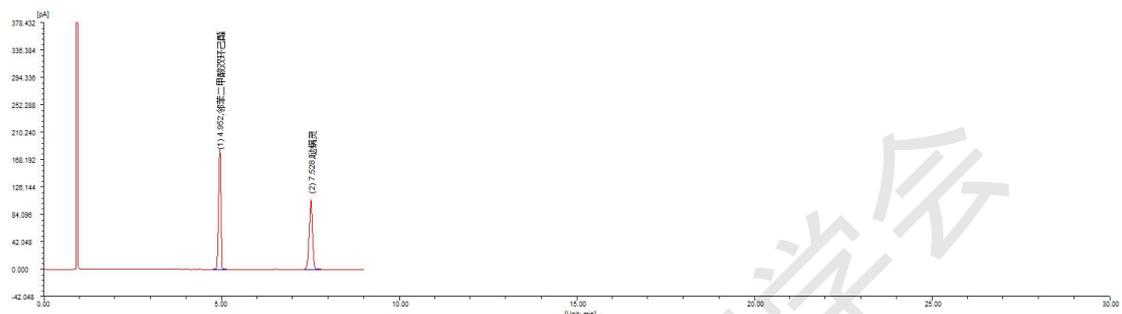
序号	组分名	平均时间	时间RSD%	平均面积	面积RSD%	平均峰高	峰高RSD%	平均含量	含量RSD%
1	邻苯二甲酸双环己酯	4.957	0.096	918654.2	0.4959	192040.1	0.7122	52.6037	0.0678
2	吡螨灵	7.536	0.109	827712.3	0.4735	110701.8	0.7580	47.3963	0.0753

校正曲线:

校正名:	吡螨灵	新建	删除	<input checked="" type="checkbox"/> 相同浓度平均计算	<input type="checkbox"/> 过原点	<input type="checkbox"/> V=KA+B	直线	增加标样	删除标样	修改浓度	重新计算
序号	谱图文件	面积A	浓度C	A/Ai	C/Ci	偏差%					
1	吡螨灵标样-RB-1701-F-11	915047.875	50.0200	1.000	1.0000	0.0000					
2	吡螨灵标样-RB-1701-F-11	911630.188	50.0200	1.000	1.0000	0.0000					
3	吡螨灵标样-RB-1701-F-11	921714.313	50.0200	1.000	1.0000	0.0000					
4	吡螨灵标样-RB-1701-F-11	916511.250	50.0200	1.000	1.0000	0.0000					
5	吡螨灵标样-RB-1701-F-11	917923.438	50.0200	1.000	1.0000	0.0000					
6	吡螨灵标样-RB-1701-F-11	919607.063	50.0200	1.000	1.0000	0.0000					
7	吡螨灵标样-RB-1701-F-11	920048.438	50.0200	1.000	1.0000	0.0000					
8	吡螨灵标样-RB-1701-F-11	926751.813	50.0200	1.000	1.0000	0.0000					

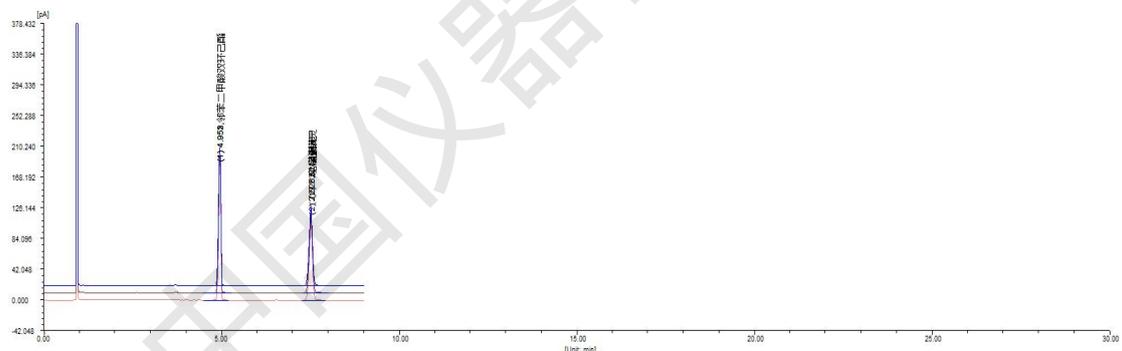


### 5.3 试样溶液的谱图及分析结果



峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[%]
1	邻苯二甲酸双环己酯	4.952	0.074	184966.4	879756.4	51.8650	
2	吡螨灵	7.528	0.117	108239.7	816486.9	48.1350	97.5652
				总计:	293206.1	1696243.3	100.0000
							97.5652

### 5.4 连续 3 针试样溶液的多重谱图及结果（自动进样器）



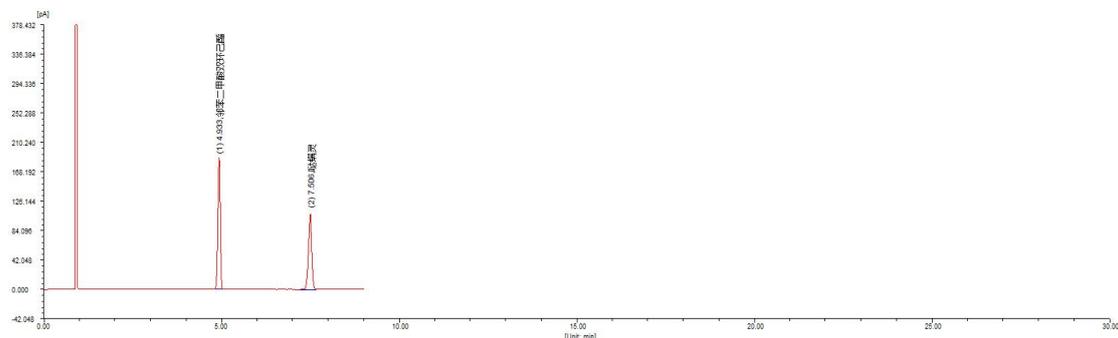
序号	组分名	平均时间	时间RSD%	平均面积	面积RSD%	平均峰高	峰高RSD%	平均含量	含量RSD%	谱图数
1	邻苯二甲酸双环己酯	4.952	0.020	895706.5	1.5554	187320.4	1.1688		0.0000	3
2	吡螨灵	7.526	0.024	831661.3	1.5935	110616.0	1.8631	97.6084	0.0385	3

### 5.5 Excel 上连续 8 针的校正因子计算及 3 针试样计算结果（自动进样器）

标样	吡螨灵标准品的质量 (g)	0.0501							
	邻苯二甲酸双环己酯的质量 (g)	0.05002							
	吡螨灵标准品峰面积 (%)	47.36	47.4284	47.4488	47.4062	47.3999	47.4157	47.3574	47.3538
	邻苯二甲酸双环己酯峰面积 (%)	52.64	52.5716	52.5512	52.5938	52.6001	52.5843	52.6426	52.6462
	校正因子 f	1.096565191	1.093560941	1.092666613	1.094535054	1.094811658	1.094118092	1.096679559	1.096837936
	f (MAX-MIN)	0.417132286							
	平均校正因子	1.094971881							
样品	平均校正因子	1.094971881							
	邻苯二甲酸双环己酯的质量 (g)	0.05002							
	吡螨灵试样质量 (g)	0.0521							
	吡螨灵试样峰面积含量 (%)	48.135	48.1507	48.1524					
	邻苯二甲酸双环己酯峰面积 (%)	51.865	51.8493	51.8476					
	吡螨灵含量 (%)	97.5653	97.6267	97.6334					

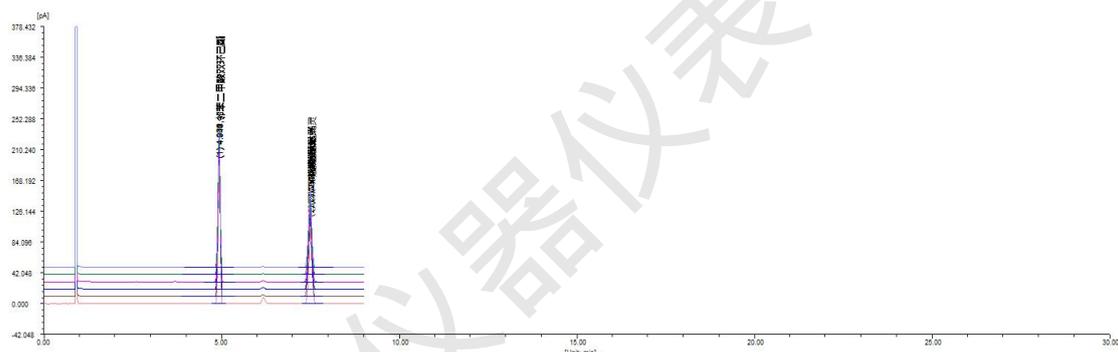
## 6 手动进样测定结果

### 6.1 对照品溶液的典型谱图



峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[%]
1	邻苯二甲酸二环己酯	4.933	0.074	189778.8	906929.4	52.9128	52.9128
2	哒螨灵	7.506	0.116	108493.6	807077.8	47.0872	47.0872
				总计:	298272.4	1714007.1	100.0000

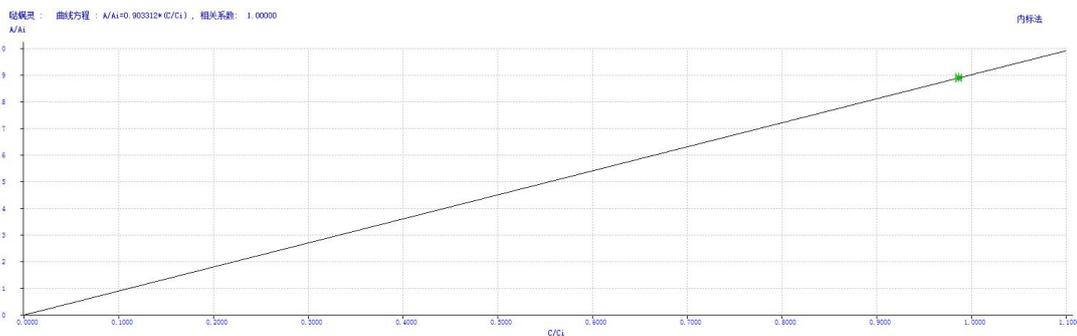
### 6.2 连续 6 针对照品溶液的多重谱图及结果 (手动进样)



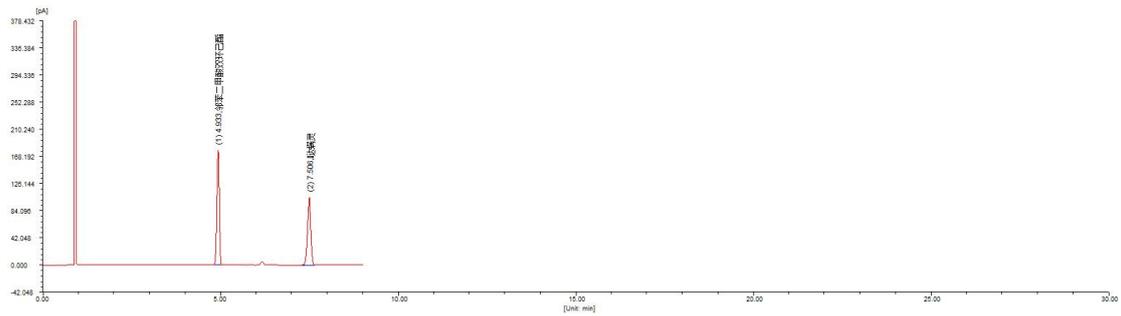
序号	组分名	平均时间	时间RSD%	平均面积	面积RSD%	平均峰高	峰高RSD%	平均含量	含量RSD%	谱图数
1	邻苯二甲酸二环己酯	4.934	0.089	898893.0	2.5618	188221.1	3.0428	52.8770	0.1491	6
2	哒螨灵	7.509	0.069	801115.3	2.7794	107327.7	3.0463	47.1230	0.1673	6

校正曲线:

校正名:	哒螨灵-手动进样	新建	删除	<input checked="" type="checkbox"/> 相同浓度平均计算	<input checked="" type="checkbox"/> 过原点	<input type="checkbox"/> Y=KA+B	直线	增加标样	删除标样	修改浓度	重新计算
序号	谱图文件	面积A	浓度C	A/Ai	C/Ci	偏差%					
1	哒螨灵标样-PB-1701-112f	834528.750	49.3485	0.897	0.9866	0.0123					
2	哒螨灵标样-PB-1701-112f	801235.438	49.3485	0.892	0.9866	0.0012					
3	哒螨灵标样-PB-1701-112f	810409.063	49.3485	0.889	0.9866	-0.0041					
4	哒螨灵标样-PB-1701-112f	771709.125	49.3485	0.890	0.9866	-0.0019					
5	哒螨灵标样-PB-1701-112f	781731.750	49.3485	0.889	0.9866	-0.0046					
6	哒螨灵标样-PB-1701-112f	807077.750	49.3485	0.890	0.9866	-0.0029					

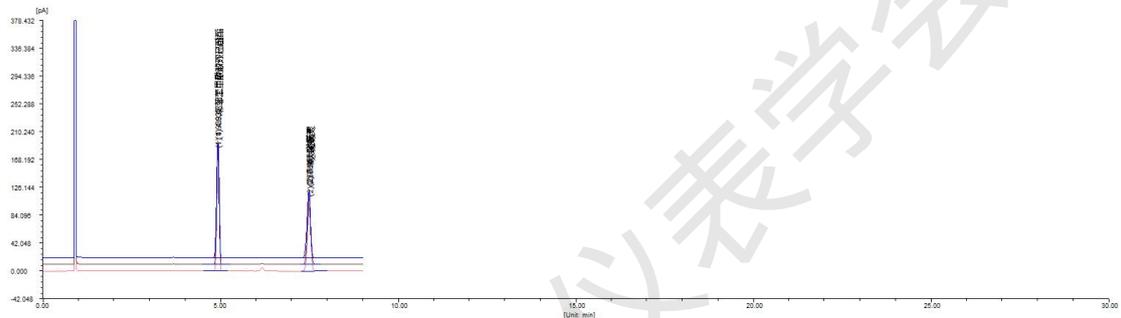


### 6.3 试样溶液的谱图及分析结果



峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[%]
1	邻苯二甲酸双环己酯	4.933	0.074	178912.6	856287.7	52.1314	
2	哒螨灵	7.506	0.116	105282.5	786269.6	47.8686	97.5932
总计:				284195.1	1642557.3	100.0000	97.5932

### 6.4 连续 3 针试样溶液的多重谱图及结果（手动进样）



序号	组分名	平均时间	时间RSD%	平均面积	面积RSD%	平均峰高	峰高RSD%	平均含量	含量RSD%	谱图数
1	邻苯二甲酸双环己酯	4.930	0.136	863797.0	3.6815	179944.6	4.0358		0.0000	3
2	哒螨灵	7.502	0.116	792887.4	3.7170	105979.6	4.0688	97.5583	0.0530	3

### 6.5 Excel 上连续 6 针的校正因子计算及 3 针试样计算结果（自动进样器）

标样	哒螨灵标准品的质量 (g)	0.0501					
	邻苯二甲酸双环己酯的质量 (g)	0.05002					
	哒螨灵标准品峰面积 (%)	47.2754	47.1376	47.0721	47.0997	47.0662	47.0872
	邻苯二甲酸双环己酯峰面积 (%)	52.7246	52.8624	52.9279	52.9003	52.9338	52.9128
	校正因子 f	1.100293001	1.106393661	1.109305991	1.108077823	1.10956872	1.10863388
	f (MAX-MIN)	0.927571937					
	平均校正因子	1.107045513					
样品	平均校正因子	1.107045513					
	邻苯二甲酸双环己酯的质量 (g)	0.05002					
	哒螨灵试样质量 (g)	0.0521					
	哒螨灵试样峰面积含量 (%)	47.8686	47.8659	47.8445			
	邻苯二甲酸双环己酯峰面积 (%)	52.1314	52.1341	52.1555			
	哒螨灵含量 (%)	97.59392349	97.5833647	97.49971523			