

高效氯氟氰菊酯原药检测方法分析报告

赵倩

(浙江福立分析仪器股份有限公司, 浙江省温岭市 317500)

摘要: 样品用流动相正己烷和四氢呋喃溶解, 利用正相高效液相色谱分离, 并根据保留时间定性, 峰面积定量。

关键词: 液相色谱法; 检测方法; 氯氟氰菊酯

1 检测方法

依据国家标准《GB20695-2006 高效氯氟氰菊酯原药》

2 试剂和材料

2.1 试剂

- 正己烷: 色谱纯;
- 四氢呋喃: 色谱纯。

2.2 材料与仪器

- 高效液相色谱仪: 福立 LC5090 高效液相色谱仪, 配备 LC5090 在线脱气机、LC5090 四元低压输液泵、LC5090 自动进样器、LC5090 柱温箱、LC5090 紫外检测器;
- 分析天平: 精度 0.0001 g;
- 过滤器: 滤膜孔径约 0.45 μm
- 10 mL 容量瓶若干;
- 标准品: 高效氯氟氰菊酯标准品: 纯度 99.5%。

3 溶液配制

3.1 标准溶液的制备

高效氯氟氰菊酯标准溶液(1000 mg/L): 准确称取高效氯氟氰菊酯标准品 0.01 g (精确到 0.0002 g), 置于 10 mL 容量瓶中, 加入 5 mL 流动相, 超声波振荡 10min, 使试样溶解, 冷却至室温, 用流动相定容, 摇匀。经 0.45 μm 微孔滤膜后, 待进样。

3.2 试样溶液的制备

准确称取含高效氯氟氰菊酯的试样 0.01 g (精确到 0.0002 g), 置于 10 mL 容量瓶中, 加入 5 mL 流动相, 超声波振荡 10min, 使试样溶解, 冷却至室温, 用流动相定容, 摇匀。

经 0.45 μm 微孔滤膜后，待进样。

4 仪器条件

- 1) 色谱柱: ZORBAX RX-SIL, 柱长 250 mm, 内径 4.6 mm, 粒径 5 μm ;
- 2) 流动相: 正己烷: 四氢呋喃=99.3: 0.7;
- 3) 流速: 2.0 mL/min;
- 4) 检测器: UV 278 nm;
- 5) 柱温: 室温;
- 6) 进样量: 10 μL 。

5 分析结果

5.1 标样典型谱图

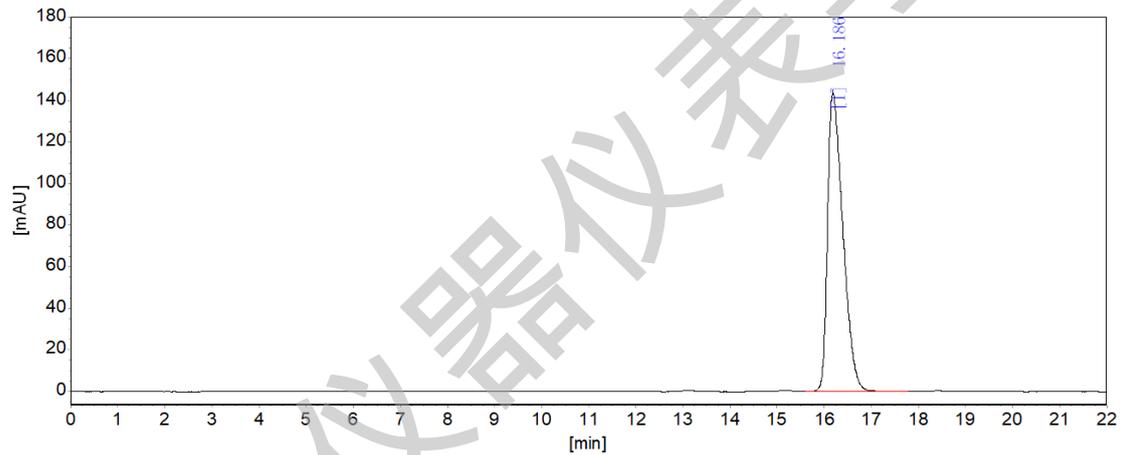


图 1 高效氯氟氰菊酯标准溶液谱图 (1000 mg/L)

名称	t/min	峰面积 /uAU*s	峰高 /uAU	拖尾因子	理论塔板
高效氯氟氰菊酯	16.186	3250136.8	143625.3	1.597	11790

1、高效氯氟氰菊酯

5.2 重复性实验

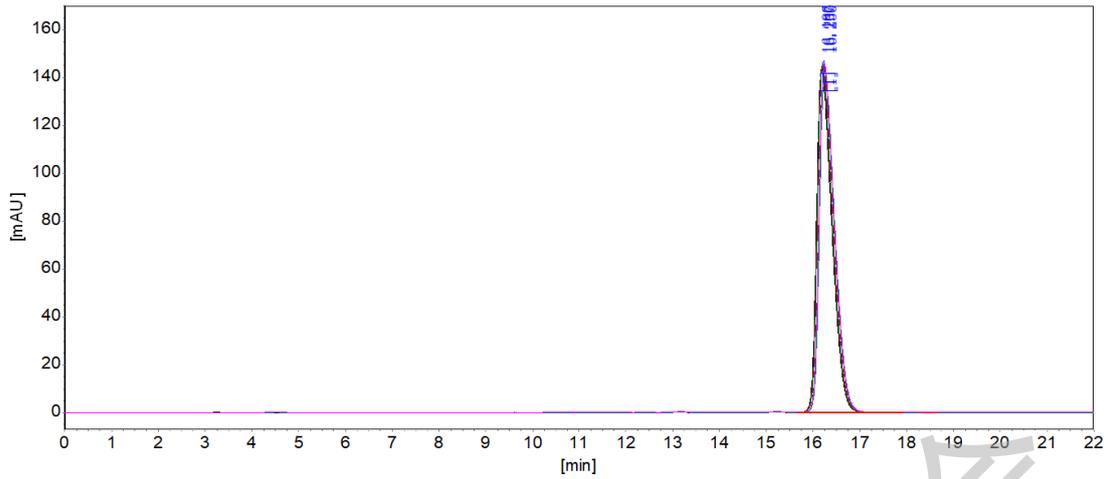
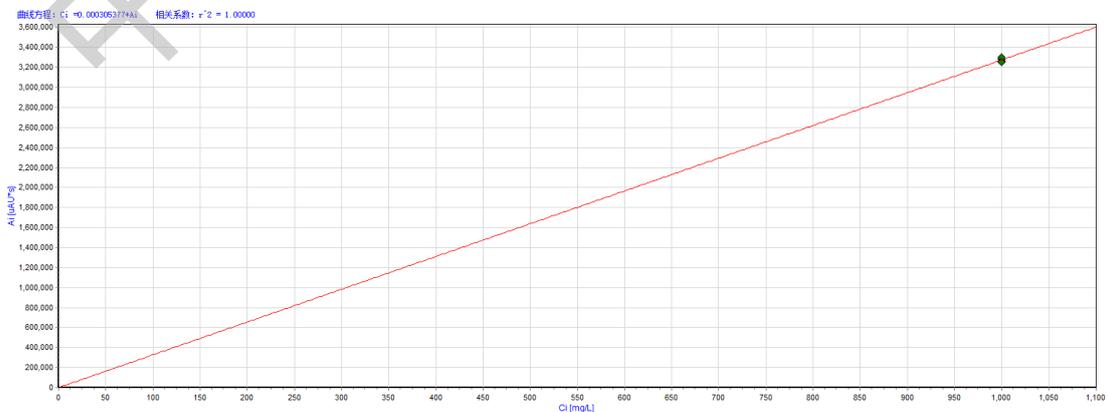


图2 高效氯氟氰菊酯标准溶液重复性谱图 (1000 mg/L)

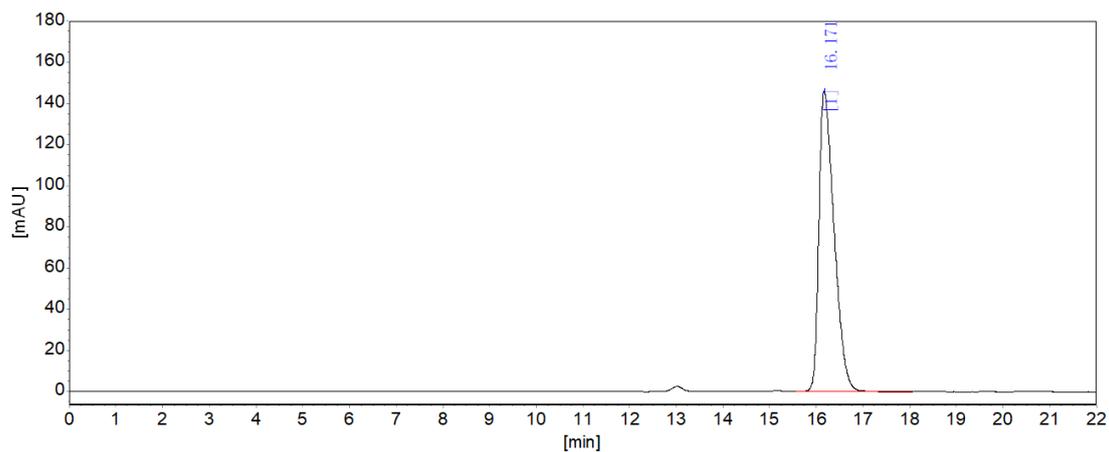
名称	序号	t/min	峰面积 /uAU*s	峰高 /uAU
	1	16.186	3250136.8	143625.3
	2	16.239	3302032.6	145512.2
高效氯氟	3	16.250	3265083.4	144114.1
氰菊酯	4	16.235	3257822.7	144059.2
	5	16.207	3290712.1	145342.2
	6	16.197	3282056.6	144870.3
平均值		16.219	3274640.7	144587.2
RSD%		0.158	0.617	0.530

5.3 标准曲线

标准曲线绘制：重复进样 6 次高效氯氟氰菊酯浓度为 1000 mg/L 的标准溶液 10 μ L，进行 HPLC 分析，然后以峰面积为纵坐标，以含量为横坐标，绘制标准曲线。



5.4 高效氯氟氰菊酯原药谱图及 2 针分析结果



名称	序号	t/min	峰面积/	峰高/	含量/%	平均含量/%
高效氯氟氰	1	16.178	3293436	145717.8	97.85	97.76
菊酯	2	16.201	3302323.5	146195.0	97.67	

以上实验结果可知，样品 2 次平行测定结果之差为 0.18%，小于标准规定的 1.2%，满足标准要求。最终测定原药中高效氯氟氰菊酯的含量为 97.76%。

中国仪器仪器