

辛硫磷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: 样品用甲醇溶解, 利用反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; 辛硫磷

1 检测方法

依据国家标准《GB9556-2008 辛硫磷原药》

2 试剂和材料

2.1 试剂

- 1) 甲醇: 色谱纯;
- 2) 水: 娃哈哈纯净水。

2.2 材料与仪器

- 1) 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;
- 2) 色谱柱: Sunniest C18 柱, 4.60 mm * 150 mm, 粒径为 5.0 μm ;
- 3) 分析天平: 精度 0.0001 g;
- 4) 过滤器: 滤膜孔径约 0.45 μm ;
- 5) 移液管: 5 mL;
- 6) 50 mL 容量瓶若干;
- 7) 标准品: 辛硫磷标准品: 纯度 97.26%。

3 溶液配制

3.1 标准溶液的制备

辛硫磷标准溶液(200 mg/L): 准确称取辛硫磷标准品 0.1 g (精确到 0.0002 g), 置于 50 mL 容量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 超声波振荡 5 min, 使试样溶解, 冷却至室温, 摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 于 50 mL 容量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀。经 0.45 μm 微孔滤膜后, 待进样。

3.2 试样溶液的制备

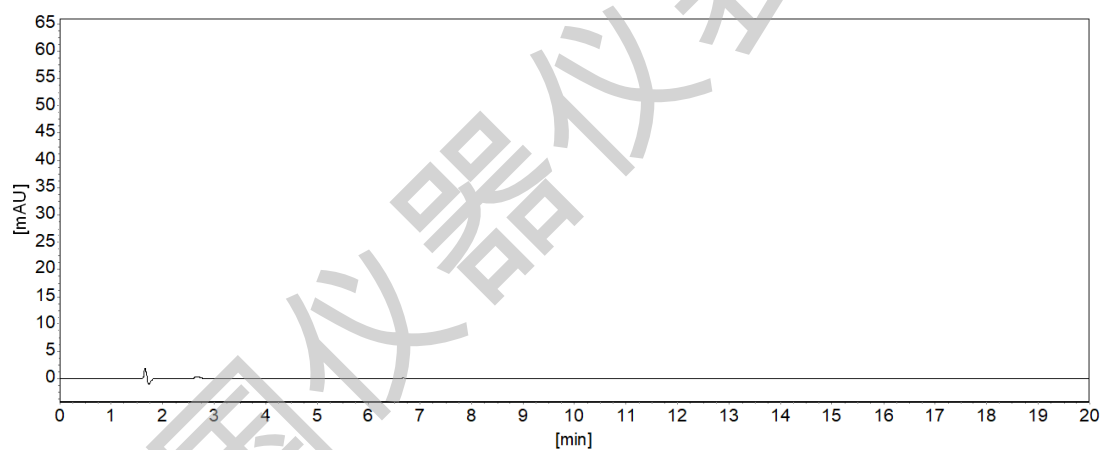
称取含辛硫磷 0.1 g 的试样（精确到 0.0002 g），置于 50 mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，超声波振荡 5 min，使试样溶解，冷却至室温，摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 于 50 mL 容量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀。经 0.45 μm 微孔滤膜后，待进样。

4 仪器条件

- 1) 色谱柱: Sunniest C18, 柱长 150 mm, 内径 4.6 mm, 粒径 5 μm ;
- 2) 流动相: 纯甲醇: 纯水=75:25;
- 3) 流速: 1.0 mL/min;
- 4) 检测器: UV 254 nm;
- 5) 柱温: 室温;
- 6) 进样量: 5 μL 。

5 分析结果

5.1 空白谱图



5.2 标样典型谱图

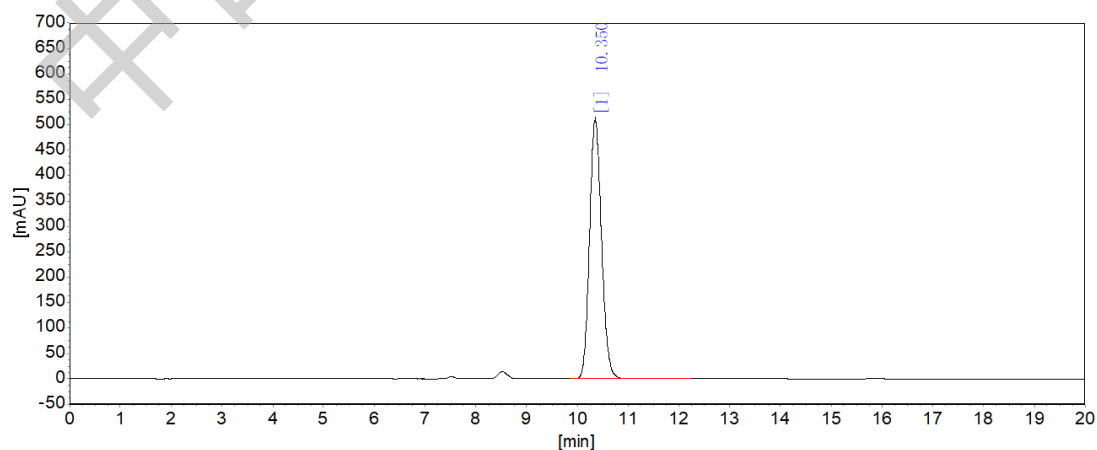


图1 辛硫磷标准溶液谱图 (200 mg/L)

名称	t/min	峰面积 /uAU*s	峰高 /uAU	拖尾因子	理论塔板
辛硫磷	10.350	8388285.1	509863.5	1.140	9303

1、辛硫磷

5.3 重复性实验

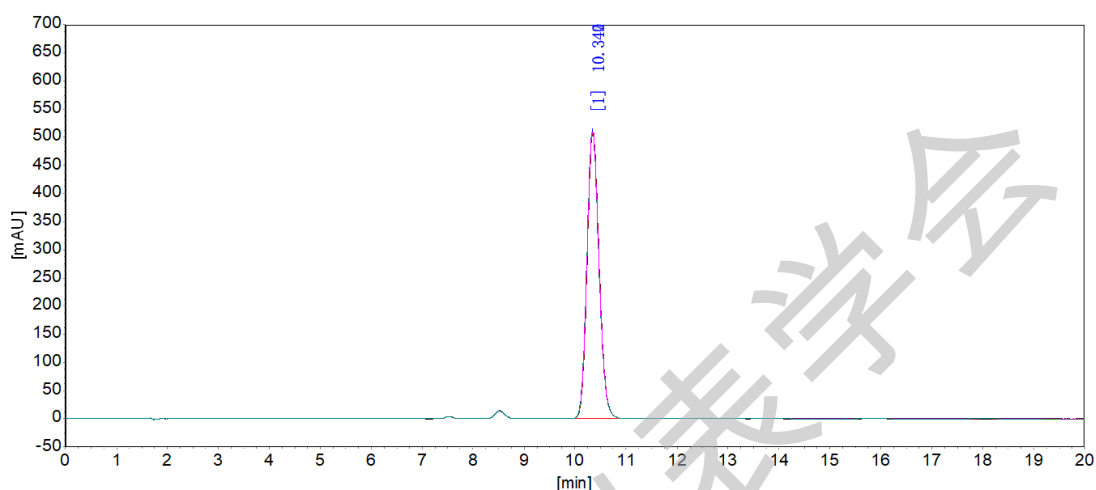
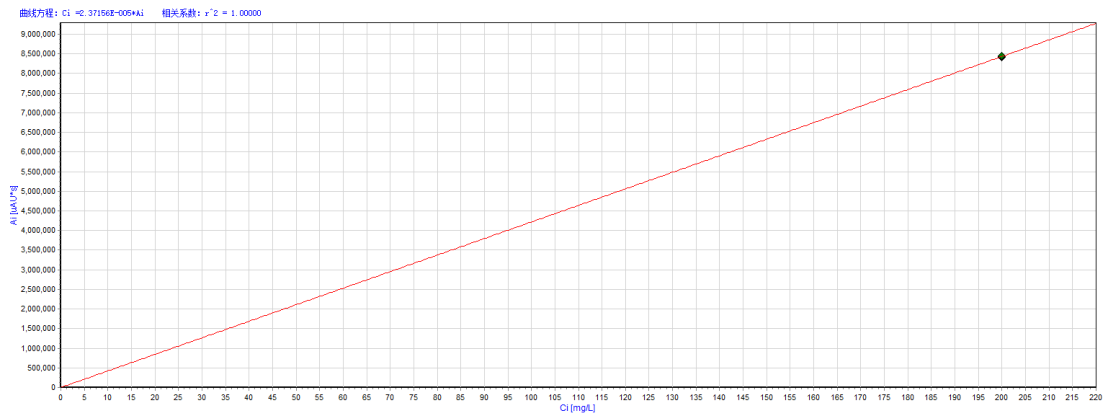


图 2 辛硫磷标准溶液重复性谱图 (200 mg/L)

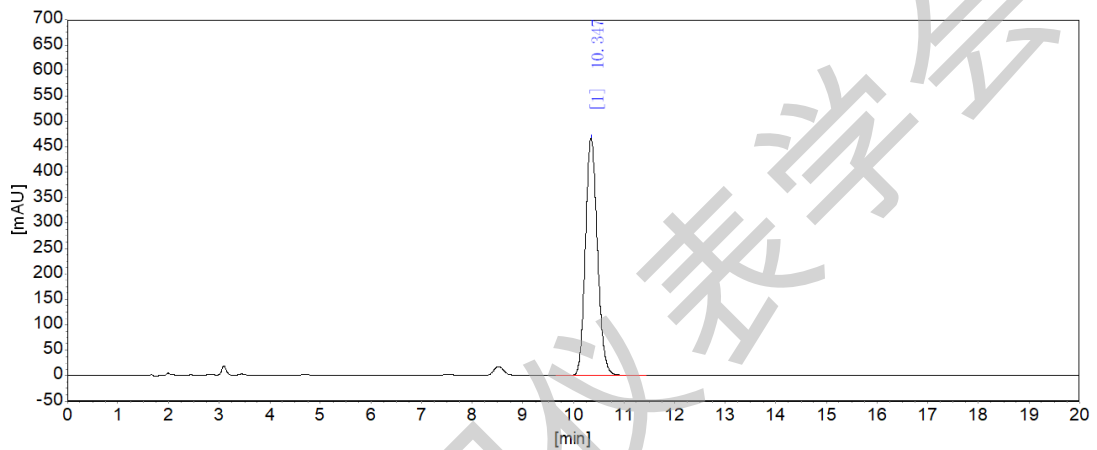
名称	序号	t/min	峰面积 /uAU*s	峰高 /uAU
辛硫磷	1	10.347	8413357.9	509950.5
	2	10.344	8424018.1	510457.5
	3	10.342	8437087.5	510010.6
	4	10.340	8450818.5	510512.0
	5	10.340	8456006.1	510981.7
	6	10.342	8453407.1	510384.0
	平均值	10.343	8433280.6	510349.3
	RSD%	0.028	0.205	0.073

5.4 标准曲线

标准曲线绘制：重复进样 6 次辛硫磷浓度为 2000 mg/L 的标准溶液 5 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。



5.5 辛硫磷原药谱图及 2 针分析结果



名称	序号	t/min	峰面积/	峰高/	含量/%	平均含量/%
辛硫磷	1	10.346	7738025.4	467722	90.76	90.86
	2	10.356	7815910.9	471883	90.96	

由以上实验结果可知，样品 2 次平行测定结果之差为 0.20%，小于标准规定的 1.2%，满足标准要求。最终测定原药中辛硫磷含量为 90.86%。