

高效液相色谱法测定避蚊衣中氯菊酯的含量

周 霁

(武汉工程大学化工与制药学院, 湖北 武汉 430073)

摘 要:目的 采用高效液相色谱法测定避蚊衣中氯菊酯的含量。方法 用 C_{18} 色谱柱, 以甲醇 - 水 (95:5) 为流动相, 检测波长为 225 nm, 采用外标多点校正法测定避蚊衣中氯菊酯的含量。结果 氯菊酯浓度在 0.1 ~ 2.5 mg/mL 浓度范围内与峰面积呈良好的线性关系, 平均回收率 99.33%, RSD 0.49%。结论 此方法操作简便, 精密度和准确度较高, 可作为检测薹苳美薹衣物中氯菊酯含量较为理想的方法。

关键词: 高效液相色谱法; 氯菊酯; 含量

中图分类号: TS101.4

文献标识码: A

文章编号: 1672-979X(2008)01-0044-03

Determination of Permethrin in Anti-mosquito Clothes by HPLC

ZHOU Ji

(School of Chemical Engineering & Pharmacy, Wuhan Institute of Technology, Wuhan 430073, China)

Abstract: Objective To determine the content of permethrin in anti-mosquito clothes by HPLC. Methods Permethrin in anti-mosquito clothes was dissolved with methanol. The determination was performed on Dikma Diamonsil C_{18} Column (5 μ m 250mm \times 4.6mm). The detection wavelength was 240nm. The mobile phase was methanol-water (95:5). The quantitative results were obtained using external standard calibration curves. Results The linear range of the method was from 0.1 to 2.5 mg/mL for permethrin. The average recovery was 99.33% with RSD 0.49%. Conclusion The method is simple, accurate, reproducible and suitable for the determination of permethrin in anti-mosquito clothes.

Key words: HPLC; permethrin; content

随着生活水平的提高, 人们对穿着的要求越来越高, 在注重服装美观的同时, 强调了服装的功能性与健康性^[1]。将高效、低毒的绿色环保型避蚊整理剂, 通过科学的染整精加工, 生产出无毒、高效型的避蚊衣, 在衣物面料周围 5 ~ 8 cm 范围内形成保护层, 是一种避蚊蝇的有效途径。目前国内市场此类衣物中, 所含的最主要的高效、低毒杀虫、驱虫剂为氯菊酯^[2]。

氯菊酯 (permethrin), 化学名称 (3-苯氧苄基) 顺式, 反式-(\pm -3-(2,2-二氯乙烯基)-2,2-二甲基环丙烷羧酸酯。它是研究开发较早的一种不含甾基结构的拟除虫菊酯类杀虫剂^[3]。杀虫谱广, 击倒力强, 为低毒杀虫剂, 对害虫具有触杀和胃毒作用, 无内吸传导和熏蒸作用。可用于蔬菜、果树、茶、烟草、

小麦、棉花等作物, 尤其适用于防治卫生害虫^[4]。

测定氯菊酯含量, 用气相色谱分析法或液相色谱分析法, 但掌握这些方法或分析条件较困难, 或流动相配比成本较高^[4-7]。为了准确测定它在避蚊类衣物中的含量, 我们采用 Dikma Diamonsil C_{18} (5 μ m, 250 mm \times 4.6 mm) 色谱柱, 对以甲醇和水作为流动相的高效液相色谱法进行分析研究, 外标法定量, 精密度和准确度较高。

1 仪器与材料

1.1 仪器

高效液相色谱仪 (美国戴安公司), 配备 DIONEX P680 HPLC Pump 二元泵, Solvent Rack SOR-100 溶剂架配脱气机, DIONEX UVD170U 紫外检测器, 色谱柱为 Dikma Diamonsil C_{18} (5 μ m,

收稿日期: 2007-05-17

作者简介: 周霁 (1973-), 男, 北京人, 助理工程师, 研究方向为高效液相分析

联系方式: Tel: 13886191788 027-87195776 E-mail: georchun@163.com

250 mm × 4.6 mm)。

1.2 材料

含氯菊酯的成衣布料(武汉鑫利来针织有限公司);氯菊酯对照品(进口品,纯度 98 %);色谱纯甲醇(天大化学试剂厂);纯净水(杭州娃哈哈纯净水有限公司)。

2 方法

2.1 色谱条件

色谱柱:Dikma Diamonsil C₁₈ (250mm × 4.6mm, 5 μm);流动相:甲醇-水(95:5);流速:1.0 mL/min;检测波长:225 nm;柱温:25 ;进样量:20 μL。

为了对样品进行快速、方便、准确的测定,我们对色谱柱、流动相进行了筛选,对波长、流速等条件进行了比较,最终确定了本实验的操作条件。

2.2 对照品溶液的制备

对照品溶液 :取 10 mL 量瓶,称量(精确至0.000 1 g),称取氯菊酯对照品约0.001 g(精确至0.000 1 g)置量瓶中,加适量甲醇溶解,加甲醇至刻度,摇匀,并精密称定(精确至0.000 1 g),计算对照品溶液 的质量分数,备用。

对照品溶液 :称取氯菊酯对照品约0.005 g(精确至0.000 5 g),用 10 mL 量瓶,照对照品溶液 配制方法制成对照品溶液 ,计算对照品溶液 的质量分数,备用。

对照品溶液 :称取氯菊酯对照品约0.025 g(精确至0.002 5 g),用 10 mL 量瓶,照对照品溶液 配制方法制成对照品溶液 ,计算对照品溶液 的质量分数,备用。

2.3 供试品溶液的制备

取50 mL具塞锥形瓶,称重(精确至0.000 1 g),称取含氯菊酯的成衣布料约1 g(精确至0.000 1 g),置入锥形瓶中,加 20 mL 甲醇浸泡 12 h,将锥形瓶称量(精确至0.000 1 g),算出成衣布料和甲醇的总质量 M₁,备用。

2.4 测定

在上述色谱操作条件下,待仪器基线稳定后,连续注入数针同一浓度对照品溶液,直至相邻2针氯菊酯总峰面积变化小于 1.5 %时,按照对照品溶液 、 、 ,供试品溶液,标样溶液 、 、 的顺序对同一样品测定 5 次。对照品的 HPLC 图谱见图 1。

2.5 计算

用数码龙液相色谱分析软件处理数据,峰面积灵敏度设为0.1,根据对照品的保留时间定性,采用外标法多点校正定量。

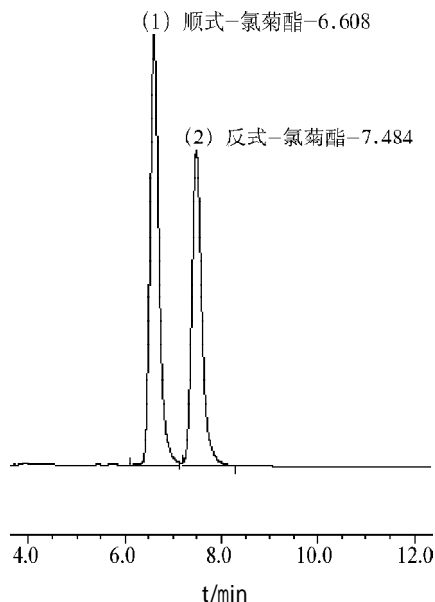


图1 氯菊酯对照品HPLC图谱

3 结果

3.1 线性关系试验

在上述操作条件下,将对照品溶液 、 、 别进样,以溶液浓度 X 为横坐标,峰面积 Y 为纵坐标作图,在 0.1 ~ 2.5 mg/mL 浓度范围内与峰面积呈良好的线性关系,见表 1。

表1 线性关系试验

对照品溶液浓 度 X/mg·mL ⁻¹	对照品溶液峰面积 Y					平均峰面积
	1	2	3	4	5	
0.1	132.45	132.44	132.49	132.46	132.49	132.47
0.5	251.95	253.09	253.05	251.98	252.91	252.60
2.5	854.09	854.03	852.95	853.11	852.91	853.42

线性方程为 Y = 300.40 X+102.44,相关系数 r =1.000 0。

3.2 精密度试验

对同一样品重复测定5次,求得氯菊酯浓度相对标准偏差(RSD)为 0.92 %,样品的平均浓度 N 为 90 mg/100mL。

3.3 回收率试验

在已知准确含量的试样中定量加入已知含量的氯菊酯对照品,按前述方法和条件测定,氯菊酯的平均回收率为 99.33 %,RSD 为 0.49 %。见表 2。

中药制剂中非法掺入化学药的检测方法

李卓亚¹, 郭 辉², 沈志滨¹

(1. 广东药学院, 广东 广州 510006; 2. 河北大学, 河北 保定 071000)

摘 要: 中药制剂掺假现象严重影响着人们的身体健康, 现以相关文献为依据, 对中药制剂中非法掺入化学药的检测方法作一介绍。

关键词: 中药; 掺假; 检测方法

中图分类号: R286

文献标识码: A

文章编号: 1672-979X(2008)01-0046-03

Detection Methods of Chemicals Illegally Adulterated in Traditional Chinese Medicines

LI Zhuo-ya¹ GUO Hui² SHEN Zhi-bin¹

(1. Guangdong Pharmaceutical University, Guangzhou 510006, China; 2. Hebei University, Baoding 071000, China)

Abstract: The adulteration of traditional Chinese medicines does great harm to peoples' health. Based on pertinent literature, the detection methods of chemicals illegally adulterated in traditional Chinese medicines were reviewed.

Key Words: traditional Chinese medicine; adulteration; detection method

收稿日期: 2007-09-21

作者简介: 李卓亚 (1982-), 河南禹州人, 硕士研究生, 研究方向为天然产物的提取与分离 Tel: 020-39350137

E-mail: lizhuoyayuzhou@163.com

表2 回收率试验

加入量/mg	测得量/mg	回收率/%
1.047 0	1.042 8	99.60
1.047 0	1.047 4	100.04
1.047 0	1.035 9	98.94
1.047 0	1.038 6	99.20
1.047 0	1.035 4	98.89

3.4 计算成衣布料中氯菊酯的含量

测试结束后, 自锥形瓶内取出布料, 反复用甲醇清洗至清洗液的液相色谱图中氯菊酯总峰面积 0.1, 再将布料移至 30℃ 干燥箱内烘干, 取出称量布料质量 (精确至 0.000 1 g) M_2 , 用下式算出成衣布料中氯菊酯的含量: 样品溶液的质量 $M = M_1 - M_2$, 1.00 g 成衣布料中氯菊酯的含量 = 样品的平均浓度 $N \times$ 样品溶液的质量 M , 通过计算, 得出氯菊酯在成衣布料中含量为 1.8 %。

综上所述, 该方法操作简便、稳定, 精密度和

准确度较高, 分析速度快, 可作为检测薹苳美薹衣物中氯菊酯含量较为理想的方法。

参考文献

- [1] 秦冬兰. 卫生杀虫剂有效成分测定方法的研究[J]. 中华卫生杀虫药械, 2003, 9 (3): 15-17.
- [2] 陆必泰 朱义. 纺织品避蚊保健整理剂的研制及应用工艺[J]. 纺织学报, 2006, 27 (2): 92-94.
- [3] 姜志宽 王以燕. 我国的卫生杀虫剂发展概况[J]. 中华卫生杀虫药械, 2006, 12 (6): 413-418.
- [4] 魏翔. 氯菊酯的液相色谱分析[J]. 安徽化工, 2002, (4): 49-50.
- [5] 崔庆新, 乔丽, 邓长振. 气相色谱法测定喷雾杀虫剂中的胺菊酯和氯菊酯[J]. 化学分析计量, 2006, 15 (6): 18-19.
- [6] 杨俊柱, 王多余, 曹玉勇. 0.4% 氯菊酯·氯氰菊酯水乳剂的液相色谱分析[J]. 安徽化工, 2002, (6): 43-44.
- [7] 郭丽, 梁沛, 刘艳, 刘实. 反相高效液相色谱法同时测定水样中辛硫磷和氯菊酯[J]. 分析试验室, 2005, 24 (5): 12-14.