

# 高效液相色谱法测定氰戊菊酯的含量

项顺纪

(四川省天然气化工研究院永川研究所, 永川 402161)

**摘要** 介绍了高效液相色谱法测定氰戊菊酯的方法。试样溶解于甲醇, 试样中氰戊菊酯在 250mm×4.0mm (i.d.) 不锈钢柱, 内装 YWG C18 填充物 (10 $\mu$ ), 以甲醇-水为流动相, 以紫外为检测器, 在 254nm 下进行分离和测定。方法回收率在 99.8%~101.2% 之间。线性相关系数 0.9998。方法的标准偏差和变异系数分别为 0.0172 和 0.253%。

**关键词** 氰戊菊酯 高效液相色谱

中图分类号: TQ450.7 文献标识码: A 文章编号: 1006-0413 (2005)01-021-02

## HPLC Determination of Fenvalerate

XIANG Shun-Ji

(Sichuan Natural Gas Chemical Institute, Yongchuan Institute, Yongchuan 402161, China)

**Abstract:** This paper describes an analytical method for fenvalerate determination by HPLC. The sample is dissolved in methanol, and fenvalerate in the sample is separated and determined using a 250×4.0mm (i.d.) stainless steel column packed with YWG C18 (10 $\mu$ ), with methanol-water as the mobile phase and UV detection at 254 nm. Recovery ranged from 99.8%~101.2%. The linear correlation coefficient was 0.9998. Standard deviation and coefficient of variation for the method were 0.0172 and 0.253%, respectively.

**Key words:** fenvalerate, HPLC

氰戊菊酯含量原规定采用气相色谱法测定<sup>[1,2]</sup>。

本文采用高效液相色谱法测定 25% 氰·辛乳油中氰戊菊酯含量。本法也适用于氰戊菊酯原药的分析, 具有快速、简便、准确、重现性好等特点。

### 1 仪器和试剂

#### 1.1 仪器

高效液相色谱仪: P9811 高效液相色谱仪, 带 UV98

11 可变波长紫外检测器;

色谱工作站。

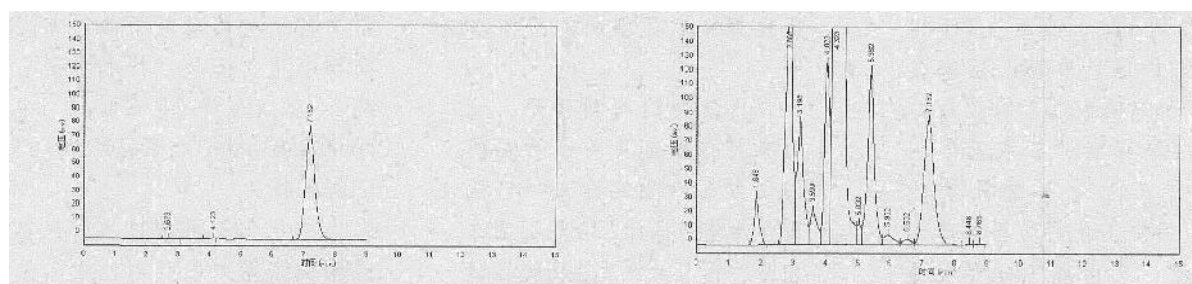
#### 1.2 试剂

甲醇: 色谱纯; 水: 新蒸二次蒸馏水; 氰戊菊酯

标准品: 已知含量, 98.0%。

#### 1.3 液相色谱操作条件

色谱柱: 250mm×4mm (i.d.) 不锈钢柱, 内装 YWG C18 填充物, 10 $\mu$ ; 流动相: (甲醇+水)=9+1; 流量: 1.0ml/min; 柱温: 室温 (±2); 检测波长: 254nm;



标准溶液 (氰戊菊酯 7.182min)

试样溶液 (氰戊菊酯 7.182min)

图1 高效液相色谱法测定 25% 氰·辛乳油中氰戊菊酯含量的色谱图

进样体积: 20 $\mu$ l; 保留时间 (min): 氰戊菊酯 7.182。

氰戊菊酯贮存液的配制

#### 1.4 溶液的配制

称取 0.05g 氰戊菊酯标准品, 精确到 0.2mg, 置于

##### 1.4.1 氰戊菊酯标准溶液的配制

25ml 容量瓶中, 用甲醇溶解并稀释到刻度, 摇匀。

收稿日期: 2004-06-21 修返日期: 2004-08-06

作者简介: 项顺纪 (1937-), 男, 浙江金华人, 高级工程师, 从事天然气和农药的色谱分析工作。电话: 023-49808935, E-mail: xiang1122-33@tom.com

### 氟戊菊酯标样溶液的配制

用移液管精确吸取 5 ml 氟戊菊酯贮存液, 置于 10 ml 容量瓶中, 用甲醇稀释到刻度, 摇匀。

#### 1.4.2 试样溶液的配制

称取含 0.01g 氟戊菊酯的试样, 精确到 0.2mg, 置于 10ml 容量瓶中, 用甲醇稀释到刻度, 摇匀。用 0.45  $\mu$ m 滤膜过滤, 滤液待测。

#### 1.5 测定

在上述操作条件下, 待仪器基线稳定后, 连续注入数针标样溶液, 计算各针相对响应值的重复性, 待相邻两针的相对响应值变化小于 1.0%, 按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行分离和测定。

#### 1.6 计算

将测得的两针试样溶液以及试样溶液前后两针标样溶液中氟戊菊酯峰面积分别进行平均。氟戊菊酯的质量分数  $X_1$  按式 (1) 计算:

$$X_1 = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m \cdot 5} \quad (1)$$

式中:  $r_1$  为标样溶液中氟戊菊酯峰面积的平均值

$r_2$  为试样溶液中氟戊菊酯峰面积的平均值

$m$  为试样的质量的数值(g)

$m_1$  为氟戊菊酯标准品的质量的数值(g)

$p$  为标准品中的氟戊菊酯的质量分数(%)

## 2 结果与讨论

### 2.1 线性关系

配制一组 (6个) 氟戊菊酯 (0~1.2mg/ml) 浓度的标准溶液, 在上述色谱条件下测定相应的氟戊菊酯的峰面积, 求得线性回归方程式:  $Y = -8.038 \times 10^{-2} + 6.168 \times 10^{-6}X$ ,  $r = 0.9998$ 。

### 2.2 准确度

向一组已知含量的试样中加入氟戊菊酯标准品, 测定加入标准品后氟戊菊酯含量, 计算回收率为 99.81%~101.15%, 平均值为 100.3%。

### 2.3 精密度

对同一 25% 氟·辛乳油中氟戊菊酯含量进行 6 次平行测定, 试样中氟戊菊酯含量为 6.81% (指标为 6.25%) 的情况下, 求得标准偏差为 0.0172, 变异系数 0.253%。25% 氟·辛乳油中辛硫磷含量的测定: 高效液相色谱法, 按照国家标准进行。本法可用于氟戊菊酯原药的分析。

### 参考文献

- [1] 刘慧敏, 李振良, 马克江. 气相色谱法测定辛·氟乳油[J]. 农药, 1996, 35(9): 24-25
- [2] 刘慧敏, 李振良, 马克江. 大口径毛细管 GC 与 GC/MS 测定 50% 辛·氟乳油[J]. 农药, 1997, 36(10): 33-35

责任编辑: 夏彩云

## 关于召开“第六届全国新农药创制学术交流会”的预通知

各有关单位:

为了创制出具有自主知识产权的高效、低毒、环境相容性好的绿色农药, 国家在“十五”期间设立了科技攻关计划重大项目“新农药创制研究与产业化关键技术开发”, 加快了我国的新农药创制步伐, 已出现了一大批处于不同阶段的创制成果。为此, 中化化工科学技术研究总院和国家南方农药创制中心领导小组办公室拟定于 2005 年 4 月至 5 月召开“第六届全国新农药创制学术交流会”, 以加强农药创制科技人员之间的交流, 开拓思路, 互

相学习, 共同进步, 促进我国新农药的研究开发工作, 提高我国新农药创制的整体水平。

为使会议顺利召开, 现向有关单位征集关于新农药创制方面的会议论文, 包括化合物分子设计、合成、菌株分离、室内生物活性测定、田间药效试验、安全性评价、助剂开发、剂型加工及其应用技术、“三废”处理等与农药创制相关的各个环节的原始性研究论文, 不提倡提交综述性文章。

论文电子版材料统一采用 A4 格式、小四号宋体、1.25

倍行距。提交论文的截止日期为 2005 年 3 月 20 日, 投稿者将论文电子文稿以电子邮件方式发至中化化工科学技术研究总院 黄文耀收 (E-mail: cnprc@263.net, 联系电话: 010-64262348)。

中化化工科学技术研究总院和国家南方农药创制中心领导小组办公室将于 2005 年 3 月底组织专家审查稿件并编印会议论文集, 会议有关的其它事宜另行通知。

中化化工科学技术研究总院 国家南方农药创制中心领导小组办公室

2004 年 12 月 9 日