

# 敌百虫原药高效液相色谱分析方法研究

马亚光 邢君 梅宝贵 王宝杰

(沈阳化工研究院, 沈阳 110021) (山东大成农药股份有限公司)

**摘要** 采用高效液相色谱外标法, 对敌百虫含量进行定量分析。方法的变异系数为 0.36%, 回收率为 99.2%, 线性相关系数为 0.99998。此方法快速、准确。

**关键词** 敌百虫 高效液相色谱 分析

目前国内敌百虫含量分析方法采用的是化学滴定法和电位滴定法。上述方法在分析中所用试剂种类多, 操作起来比较繁琐。为使敌百虫的分析方法提高到一个新的水平, 又能适应当前我国农药生产企业的分析条件, 我们对敌百虫高效液相色谱法进行了探索, 并取得了满意的效果。

## 1 试验部分

### 1.1 方法提要

试样用乙腈溶解以乙腈+水为流动相, 用磷酸调 pH3, 使用以 Shimadzu- $\nu$ p ODS 为填料的不锈钢柱和紫外检测器, 对试样中的敌百虫进行反相高效液相色谱分离, 外标法定量。

### 1.2 试剂和溶液

乙腈: 色谱级;

水: 新蒸二次蒸馏水;

磷酸;

敌百虫标样: 已知含量  $\geq 99.0\%$ 。

### 1.3 仪器

高效液相色谱仪: 具可变波长紫外检测器;

色谱柱: 150mm  $\times$  4.6mm (id) 不锈钢柱, 内填充

Shimadzu- $\nu$ p ODS

填充物, 粒径  $5\mu\text{m}$ ;

色谱数据处理机;

超声波清洗器;

过滤膜:  $0.45\mu\text{m}$ ;

定量进样管:  $5\mu\text{l}$ ;

微量进样器:  $50\mu\text{l}$ 。

### 1.4 高效液相色谱操作条件

流动相: 乙腈+水 = 15 + 85(V/V) (水用磷酸调 pH3);

流量: 1.0 ml/min;

柱温:  $30^\circ\text{C}$ ;

检测波长: 200 nm;

进样体积:  $5\mu\text{l}$ ;

保留时间: 敌百虫约 11.0 min。

上述操作参数是典型的, 可根据不同仪器特点,

对给定的操作参数作适当调整, 以期获得最佳效果。

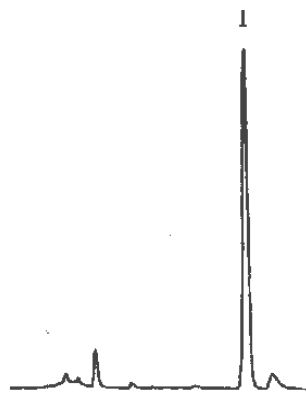


图1 敌百虫原药液相色谱图

### 1.5 测定步骤

#### a) 标样溶液的配制

称取敌百虫标样约 0.2g (精确至 0.0002g), 置于 50ml 容量瓶中, 用 10ml 乙腈使其溶解, 再用酸性水(磷酸调 pH3)稀释至刻度, 摇匀。

#### b) 试样溶液的配制

称取含敌百虫约 0.2g (精确至 0.0002g) 的试样, 于 50ml 容量瓶中, 用 10ml 乙腈使其溶解, 再用酸性水(磷酸调 pH3)稀释至刻度, 摇匀。

#### c) 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, 待相邻两针的响应值变化小于 1.2%, 按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

### 1.6 计算

将测得的两针试样溶液及试样前后两针标样溶液中敌百虫的峰面积, 分别进行平均。

试样中敌百虫质量分数 X(%) 按式(1)计算:

$$X = \frac{A_2 \times m_1 \times P}{A_1 \times m_2} \quad (1)$$

式中:  $A_1$  为标样溶液中, 敌百虫峰面积的平均值

$A_2$  为试样溶液中, 敌百虫峰面积的平均值

$m_1$  为标样的质量(g)

$m_2$  为试样的质量(g)

P 为标样中敌百虫的质量分数(%)

### 1.7 允许差

两次平行测定结果之差,应不大于 1.2%,取其算术平均值作为测定结果。

## 2 试验结果与讨论

### 2.1 线性关系 试验

准确称取一定质量范围的标样,按本方法操作条件进行分析,测定敌百虫的峰面积,取两次测定的平均结果。以敌百虫标样质量为横坐标,峰面积为纵坐标绘制标准曲线,可以看出当敌百虫标样在 0.05g~0.25g 即 1mg/ml~5mg/ml 之间与其相应的峰面积之间呈现良好的线性关系,计算得回归方程为  $Y=0.1282+121.97X$  相关系数  $r=0.99998$ ,完全可以满足定量分析要求。

### 2.2 方法精密度 试验

选择一个生产厂的敌百虫原药,从称样开始按上述操作条件连续测定 8 次,计算标准偏差为 0.32,变异系数为 0.36%。

### 2.3 方法准确度 试验

称取 5 个已知含量的敌百虫原药,依次分别加入一定质量的敌百虫标准品,按本方法测定敌百虫总质量,并计算回收率,平均回收率为 99.2%,具有良好的准确度。

## 3 操作条件的确立

### 3.1 流动相的选择

我们首先试探甲醇+水作流动相、敌百虫紫外光谱图其最大吸收波长靠近短波方向,吸收范围很窄与甲醇的最大吸收波长很接近,将直接影响敌百虫的定量结果。我们改用乙腈替代甲醇。考虑到敌百虫在 pH 大于 6 遇热易水解这一因素,将流动相

中的水用酸调到酸性,以防止敌百虫在分析过程中水解。乙腈与水不同的配比及酸性的强弱对敌百虫及敌百虫中杂质的分离带来不同的影响。我们先后试验  $\psi(\text{乙腈}+\text{水})=30+70, 20+80$  及  $15+85$ ; 调酸 pH4 及 pH3, 最后确定  $\psi(\text{乙腈}+\text{水})=15+85$ 、pH3 的条件下,能将敌百虫与杂质峰有效分开,分离效果最佳。

### 3.2 检测波长的确定

由于敌百虫吸收波长范围窄,吸光度比较小。在同一条件下分别定量测定敌百虫的吸光度,结果如下:200nm 吸光度为 0.215AU; 205 nm 吸光度为 0.126AU,从中不难看出波长选定在 200 nm 是比较适宜。

### 3.3 流动相中酸度的确定

实验中我们选择了冰乙酸、硫酸、磷酸为流动相中酸性的调节剂,经试验发现冰乙酸在 200 nm 处有很大的吸收峰,用冰乙酸调 pH 造成基线本底过高,掩盖了敌百虫的吸收峰,而硫酸、磷酸无上述现象。由于硫酸是一种强酸腐蚀性很强,在使用过程中易灼伤人的皮肤,最后我们确定了磷酸为流动相中酸性调节剂。

## The Analysis Method of Trichlorfon Technical by HPLC

MaYaguang et al.

(Shenyang Research Institute of Chemical Industry, Shenyang 110021)

**Abstract:** The quantitative analysis of trichlorfon by HPLC with  $C_{18}$  column at UV200 nm was introduced. The results showed that standard deviation, variation coefficient and average recovery was 0.36%, 99.2%, 0.99998, respectively.

**Key word:** trichlorfon, HPLC, analysis

收稿日期: 2001. 4. 17

## 《国外农药品种手册》2000 年增补本 征 订 启 事

《国外农药品种手册》2000 年增补本收录了《国外农药品种手册》(新版合订本)出版之后国外出现的新农药品种,资料收集截止到 2000 年 6 月。本手册共收集新农药品种 182 个,其中杀虫杀螨剂 50 个,杀菌剂 41 个,除草剂 79 个,除草剂安全剂 3 个,植物生长调节剂 9 个;设有品种的中、英文通用名称、商品名称、试验代号、化学名称、CA 主题索引名及 CAS 登录号、化学结构类型、化学结构式、理化性质、毒性、制剂、作用机理、适宜作物、安全性、防除对象、使用方法、合成方法、主要原料与中间体、分析方法、开发公司、专利与登记等条目,并附有参考文献。书后附有中、英文农药名称索引。

《国外农药品种手册》2000 年增补本全书共 500 页,大 32 开本,每本定价 130 元(含邮费),汇款请寄:沈阳市铁西区兴工街沈阳化工研究院农药信息中心郭昌荣收,邮编:110021。款汇出后请将投寄签寄回我处,以便寄书。不接受银行汇款。