

# 氯菊酯含量分析方法

HG/T 2988-1988 (1997)

代替 GB 9566-88

Analytical method of content for permethrin

## 1 主题内容和适用范围

本标准规定了氯菊酯含量的分析方法。

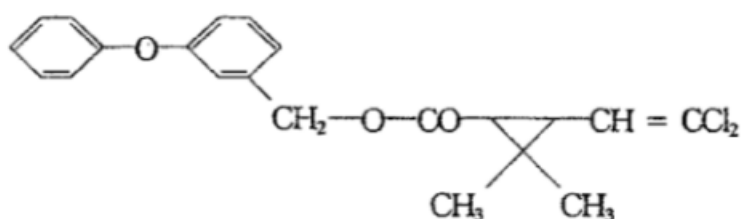
本标准适用于氯菊酯原药和乳油的有效体含量的测定。

有效成分：氯菊酯

化学名称：间苯氧基苄基（±）顺、反-2,2-二甲基-3-（2,2-二氯乙烯基）环丙烷羧酸酯

分子式： $C_{21}H_{20}O_3Cl_2$

结构式：



分子量：391.29 (1983 年国际原子量)

## 2 分析方法

气相色谱法

2.1 方法提要：以癸二酸二正辛酯为内标，在 QF-1/Chromosorb W AW DMCS 柱上，进行气相色谱分析。

### 2.2 试剂

氯菊酯标准品：已知准确含量；

内标物：癸二酸二正辛酯（没有与氯菊酯分不开的杂质峰）；

色谱固定液：QF-1；

担体：Chromosorb W AW DMCS 60~80 目；

丙酮（GB 686）分析纯。

### 2.3 仪器

气相色谱仪、氢火焰离子化检测器；

记录仪或积分仪；

色谱柱：长 2m，内径 3mm 不锈钢柱或玻璃柱；

填充物：8% QF-1/Chromosorb W AW DMCS 60~80 目；

微量注射器: 10 $\mu$ L。

## 2.4 操作步骤

### 2.4.1 色谱柱的制备

#### 2.4.1.1 固定液的涂渍

称取 0.8g QF-1 固定液于烧杯中, 加入适量的丙酮溶剂, 加入量以刚浸没担体为宜。充分搅拌使之完全溶解。再将 10g 烘干的 60~80 目 Chromosorb W AW DMCS 担体一次倒入上述溶液中, 轻轻摇匀, 放在通风橱中让溶剂自然挥发, 并经常轻轻摇动, 待溶剂挥发干净后, 放入烘箱中, 在 105~110℃ 下烘 2h, 取出置干燥器中备用。

#### 2.4.1.2 色谱柱的填充和老化

将上述涂好的柱填充物, 用真空泵或人工装入洗净烘干的色谱柱中, 边装边轻轻敲打柱壁, 待装满后, 柱口用少许洁净的玻璃棉塞好。然后将柱的入口端色谱仪的汽化室相连接, 通以每分钟约 10ml 流量的氮气, 分阶段逐步升温至 240℃, 在此温度下老化不少于 24h。

### 2.4.2 色谱操作条件

温度:

柱室: 230℃

汽化室: 250℃

检测室: 250℃

气体流量:

载气氮: 30ml/min

氢气: 40ml/min

空气: 350~400ml/min

灵敏度 $\times$ 衰减: 100 $\times$ 1/2

纸速: 60mm/h

相对保留时间:

顺式氯菊酯: 1.00 (约 7.3min)

反式氯菊酯: 1.14 (约 8.3min)

癸二酸二正辛酸: 2.09 (约 15.3min)

上述气相色谱操作条件, 系典型操作参数, 分析者可根据仪器的性能, 对操作参数作适当调整, 以获得最佳效果。

### 2.4.3 相对校正因子 $f$ 值的测定

准确称取癸二酯二正辛酯 0.10~0.12g (精确至 0.000 2 g) 及已知准确含量的氯菊酯标准品 0.06~0.07g (精确至 0.000 2 g) 于具塞的样品瓶中, 加入适量丙酮溶解, 充分摇匀。在上述色谱操作条件下, 用 10 $\mu$ L 注射器吸取样品溶液注入色谱柱, 按式 (1) 计算相对校正因子  $f$  值。

$$f = \frac{m_i \cdot P \cdot A_s}{m_s \cdot A_i} \dots\dots\dots (1)$$

式中:  $m_i$ 、 $m_s$ ——分别为氯菊酯标准品和癸二酯二正辛酯的质量, g;

$p$ ——氯菊酯标准品的百分含量;

$A_i$ 、 $A_s$ ——分别为氯菊酯标准品和癸二酸二正辛酯的峰面积, mm<sup>2</sup>。

### 2.4.4 样品含量的测定

准确称取氯菊酯样品 0.10~0.12g (精确至 0.000 2 g) 及内标物癸二酸二正辛酯 0.10~0.12g (精确至 0.000 2 g) 于具塞样品瓶中, 用适量丙酮溶解, 充分摇匀后, 在测定  $f$  值相同的色谱操作条件下, 用 10 $\mu$ L 注射器吸取样品溶液注入色谱柱。

### 2.4.5 计算

顺式氯菊酯质量百分含量  $X_1$  按式 (2) 计算:

$$X_1(\%) = f \times \frac{m'_s \cdot A'_{i1}}{m'_i \cdot A'_s} \times 100 \quad (2)$$

反式氯菊酯质量百分含量  $X_2$  按式 (3) 计算:

$$X_2(\%) = f \times \frac{m'_s \cdot A'_{i2}}{m'_i \cdot A'_s} \times 100 \quad (3)$$

氯菊酯样品质量百分含量  $X$  按式 (4) 计算:

$$X = X_1 + X_2 \quad (4)$$

式中:  $m'_i$ 、 $m'_s$ ——分别为样品和癸二酸二正辛酯的质量, g;

$A'_{i1}$ 、 $A'_{i2}$ 、 $A'_s$ ——分别为顺式、反式氯菊酯和癸二酸二正辛酯的峰面积,  $\text{mm}^2$ ;

$f$ ——相对校正因子。

#### 2.4.6 方法偏差

本方法平行偏差原药在 1.5% 以内, 乳油在 0.3% 以内。

#### 附加说明:

本标准由沈阳化工研究院农药标准化室归口。

本标准由江苏省农药研究所负责起草。

本标准主要起草人童纛。