

温度下易分解成 2—3 个组分(峰)。最后定为本文温度,达到分析测定目的。

(三)柱温曾用 200℃ 恒温分析,但桂利嗪出峰较慢(约 15min 出峰)。改为程序升温,可使分析时间明显缩短。

(四)本法操作不但简便,而且测定结果与非水滴定法基本一致。本法可作为桂利嗪含量测定的常规检验方法之一。

参 考 文 献

[1] 中华人民共和国卫生部药典委员会,《中华人民共和国药典》,二部,化学工业出版社,人民卫生出版社,北京,P. 423,1990。

(收稿日期:1992年3月30日,修回日期:7月5日)

Determination of Cinnarizinum Tablets by Gas

Chromatography (GC) Xie Xitian, Affiliated Hospital, Shandong College of Traditional Chinese Medicine, Jinan, 250011; Wu Guilian, Liu Chuanhua, Shandong Medical University, Jinan, 250012

A GC method for direct quantitative determination of Cinnarizinum tablets was developed. The conditions for determination were: FID detector, at 280℃; OV-101 (12m × 0.25mm i. d.) fused silica capillary column, temperature programmed from 200℃ to 275℃ at 40℃/min; injection port at 210℃; carbamazepium as internal standard. The response was linear between 0.2mg/ml and 1mg/ml. The average recovery was 99.98%. The coefficient of variation was 0.92. This method is proved to be highly sensitive, good reproducible with simple pre-treatment.

用大口径毛细管柱定量分析灭多威

毕富春

王文丽

(南开大学元素有机化学研究所,天津,300071)

国外推荐灭多威的定量分析方法是高压液相色谱法,残留分析用气相色谱法,但需要将灭多威转化成甲基-N-羟基硫代乙酰亚胺酸酯,再进行定量分析^[1]。高压液相色谱仪,因其价格昂贵,普及程度远不如气相色谱仪。灭多威是当前国内大力开发的氨基甲酸酯杀虫剂,因此研究其分析方法,具有明显的实际意义。用大口径毛细管柱代替填充柱对农药进行定量分析是当前发展的新动向^[2,3]。灭多威的气相色谱定量分析方法,尚未见报道。

实 验

(一)仪器和色谱条件

1. 仪器 HP5890A 气相色谱仪, FID 检测器, HP3392A 积分仪(美国 HP 公司)。色谱柱 1: 熔融石英毛细管柱, 10m × 0.53mm × 2.65μm 膜厚, HP-1 (交联甲基硅橡胶) HP Part No-19095Z-121。色谱柱 2: 1.83m × 2mm i. d. 玻璃柱。载体: Chromosorb W-HP 100-120 目, 固定液: 3%OV-1(HP 公司)。

2. 毛细柱条件 载气 H₂, 26ml/min; 柱温 130℃; 空气, 300ml/min; 进样口, 200℃; 检测器, 190℃; 纸速, 0.5/min; 峰高定量。填充柱条件: 载气

H₂, 35ml/min。其余同毛细柱。

(二)试样及溶液的配制

1. 试样及试剂 96%灭多威, 邻苯二甲酸二甲酯(分析纯), 甲醇(分析纯)。

2. 溶液的配制 在 25ml 容量瓶中, 称 50mg 邻苯二甲酸二甲酯(精确到 0.2mg), 用甲醇稀释到刻度, 即为内标液。准确称取 10mg 有效成分 96%灭多威, 置于 5ml 容量瓶中, 加 4.5ml 内标液, 用甲醇稀释至刻度, 即为标准溶液。测试的灭多威各种制剂也按此法配制, 试样中应含有灭多威有效成分 10mg 左右。进样量为 1μl。

结 果

(一)灭多威分析的准确度和精密性

灭多威分析的准确度较好, 实测 *t* 值 0.56 小于 *t*_{0.05} 值 2.57 的要求, 分析的重复性亦较好, 变异系数小于 2%(表 1)。

表 1 灭多威分析的准确度

已知含量(%)	进样次数	平均含量(%)	变异系数(%)	实测 <i>t</i> 值	<i>t</i> _{0.05}
96.00	6	95.64	1.6	0.56	2.57

由表 2 看出,用内标法分析的灭多威三种制剂,重复性均较好,变异系数能满足分析制剂的要求。

表 2 灭多威不同制剂分析的精密密度

剂型	进样次数	平均含量(%)	标准差	变异系数数(%)	变异系数标准(%)
24%灭多威	5	24.00	0.649	2.70	<3
20%灭多威	3	20.47	0.301	1.47	<3
10%灭多威	4	8.45	0.203	2.40	<5

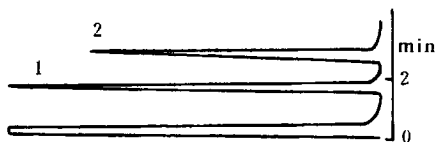


图 1 灭多威色谱图

1. 邻苯二甲酸二甲酯, 2. 灭多威.

(二) 灭多威分析的色谱图

图 1 为灭多威分析的色谱图。在文中大口径石英毛细管柱的色谱条件下,邻苯二甲酸二甲酯的保留时间为 1.74min,灭多威的保留时间为 2.82min。

讨 论

(一) 灭多威在 3%OV-1 的填充柱上发生分解,因此不能用填充柱直接进行定量分析。

(二) 由于大口径毛细管柱没有载体,柱温低,出峰快,因此,灭多威没有发生明显的分解现象。只要将色谱仪进样口稍加改装,就可装入大口径毛细管柱^[3]。

(三) 用中国科学院大连化学物理研究所研制的 0.53mm i. d. 的 SE-30,液膜 2.65 μ m 的毛细管柱,也

能很好地对灭多威进行定量分析,而成本仅为进口柱的四分之一。

参考文献

[1] G. Zweig et al., "Analytical Methods for Pesticides and Plant Growth Regulators", Academic Press, Orland, VI, P. 331, 1973.
 [2] Hewlett Packard, "Analytical Supplies", HP Co., U. S. A., P. 7, 1984.
 [3] 曾庆梅等, 分析仪器, (4), 55(1991).
 [4] 毕富春等, 农药, 27(1), 13(1988).
 [5] 李 裕等, 农药, 29(6), 30(1990).
 (收稿日期: 1992 年 6 月 3 日, 修回日期: 8 月 23 日)

Study on Quantitative Analysis of Methomyl by a Wide Bore Capillary Column Bi Fuchun, Wang Wenli, Institute of Elemento-Organic Chemistry, Nankai University, Tianjin, 300071

The quantitative analytical method for Methomyl by a wide bore capillary column has been studied. The optimum gas chromatographic conditions were as follows. Column: fused silica, HP-1 (cross-linked methyl silicone) 10m \times 0.53mm \times 2.65 μ m film; column temperature: 130 $^{\circ}$ C; injector: 200 $^{\circ}$ C; detector: 190 $^{\circ}$ C and carrier; H₂ 26ml/min. Dimethyl phthalate was used as the internal standard. The analytical method for Methomyl gives better accuracy and precision. However Methomyl decomposed when analyzed by gas chromatography using a packed glass column with 1.83m \times 2mm i. d. 3%OV-1 on 100/120 mesh Chromosorb W-HP.

单柱离子色谱法测定砷酸根离子

于 泓 关良智 李 萍

(哈尔滨师范大学化学系, 150080)

砷是对人体有害的元素之一,对它的分析是环境监测中经常遇到的问题。原子吸收光谱法、电感耦合等离子体发射光谱法是测定砷的两种常用方法。

这两种方法虽然灵敏,但无法选择性地测定砷酸根离子。1975 年 Small 等^[1]提出的双柱离子色谱法有效地解决了阴离子测定问题,已用于砷酸根离子的