

文章编号 :1003- 8701(2006)03- 0057- 02

丁·扑混剂的气相色谱分析

郑建波¹,穆瑞珍²,王金辉³,王义生¹

(1.吉林益恒农药有限责任公司 吉林 公主岭 136100 ;2.山东大成农药股份有限公司 ;3.长春二道区农业局)

摘要 :采用气相色谱法 ,选用 OV- 17 填充柱 ,以正二十烷为内标物 ,分离测量混剂中的丁草胺、扑草净的含量。方法的变异系数丁草胺为 1.66%、扑草净为 0.96% ,回收率分别为 98.8%、97.67% ,该方法具有快速准确的特点 ,可作为检测丁·扑混剂的分析方法。

关键词 :丁草胺 ;扑草净 ;气相色谱

中图分类号 :O657.71

文献标识码 :A

随着农药新品种的不断开发 ,农药的应用范围也越来越广。丁·扑 Ec 是由丁草胺、扑草净两种除草剂按一定比例复配的水稻秧田除草剂 ,其杀草谱广 ,用量低 ,推广面积越来越大^[1]。为了保证其质量 ,在参考了丁草胺^[2]、扑草净^[3]与其他药剂分析方法的基础上 ,对其分析方法进行了探索研究。现初报如下 :

1 仪器及试剂

1.1 仪器

GC- 9A 型气相色谱仪。FID 检测器 ,N2000 色谱工作站。

1.2 试剂

丁草胺标准品 ,纯度 98.5% ;扑草净标准品 ,纯度 99.2% ;正二十烷 ,色谱纯 ;乙酸乙酯 ,分析纯。

2 色谱分析条件

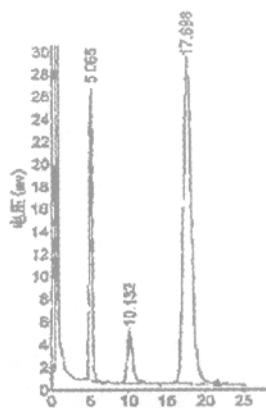
色谱柱 :OV- 17 固定液 ,硅烷化 102 白色担体 ,2.0 m×3 mmID。

载气 N₂ 流速 30 mL/min , **空气** 流速 500 mL/min , **氢气** 流速 50 mL/min。 **温度** :柱温 210 , **气化室** 240 , **检测室** 240 。在上述操作条件下 ,各组分的保留时间 :正二十烷 5.06 min、扑草净 9.16 min、丁草胺 17.69 min。上述操作参数是典型的 ,可根据不同仪器特点 ,对给定的操作参数做适当调整 ,以获得最佳效果。所得色谱图如图 1、图 2。

3 试验方法

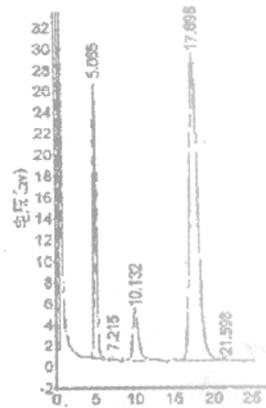
3.1 内标溶液的配制

称取 0.150 g(准确至 0.000 1g)内标物置于 1 000mL 容量瓶中加入乙酸乙酯溶解 ,并稀释至刻



5.06- 内标物 ,10.13- 扑草净
17.69- 丁草胺

图 1 标准样品色谱



5.06- 内标物 ,10.13- 扑草净
7.215- 杂质 17.69- 丁草胺

图 2 样品色谱

收稿日期 :2005- 11- 20

作者简介 :郑建波(1970-) ,女 ,吉林省公主岭人 ,农艺师 ,主要从事农药技术开发研究。

度,摇匀。

3.2 标准溶液的配制

称取丁草胺标样0.3 g,扑草净0.06 g(准确至0.000 1 g)置于同一个100 mL容量瓶中,加入内标液定容至刻度,摇匀。

3.3 试样溶液的配制

称取适量试样(准确至0.000 1g)置于100 mL容量瓶中,加入内标液定容至刻度,摇匀,取10 mL放入离心管中,离心5 min,取上清液备用。

3.4 测定

在上述色谱条件下,待仪器稳定后,注入数针标准溶液,当前后2针进样所得色图谱中有效成分峰面积与内标物的峰面积比值相对偏差小于1.0%时,即可按下列顺序进样测定:标样溶液、样品溶液、样品溶液、标样溶液。

3.5 计算

用2次重复所得的数据平均后计算结果。各成分的百分含量按下式计算:

$$X = \frac{R_2 \times m_1 \times P}{10 \times R_1 \times m_2}$$

式中 R_1 为标准样品溶液中丁草胺(或扑草净)与内标物的峰面积比值; R_2 为样品溶液中丁草胺(或扑草净)与内标物的峰面积比值; m_1 为标准样品的质量; m_2 为样品质量; P 为标准品的纯度。

4 结果与讨论

4.1 色谱柱的筛选

根据丁草胺及扑草净各单剂的分析方法,选用了OV-17、OV-101和SE-30等固定液及上试101、102和202为载体的柱型,做了交叉对比试验,选择3%OV-17固定液,上试102担体为载体的柱型,出峰时间短,且分离效果好。

4.2 线性关系的测定

称取几个质量递增的标准品,各加入2 mL内标液,在所选的色谱条件下分别进行分析测定,以质量(m)为横坐标,以标样和内标物的峰面积比值(R)为纵坐标,绘于图中,得到一条通过原点的直线。丁草胺的线性回归方程为 $y=0.1923x-1.1972$,线性相关系数为0.9997,扑草净的线性回归方程为 $y=0.16x-0.402$,线性系数为0.9995。

表1 回收率测定结果

批号	制剂称样量(g)	加入标准品量(mg)		理论含量(mg)		实验值(mg)		回收率(%)	
		丁草胺	扑草净	丁草胺	扑草净	丁草胺	扑草净	丁草胺	扑草净
1	0.9236	8.93	1.51	69.71	11.64	69.17	11.34	99.22	97.42
2	0.9351	9.15	1.52	70.89	11.79	70.02	11.53	98.77	97.79
3	0.9017	11.23	1.41	70.13	10.23	69.81	9.98	99.54	97.55
4	0.9652	12.16	1.22	76.43	11.88	75.24	11.65	98.49	98.06
5	0.9016	9.22	1.02	68.15	11.49	66.87	11.21	98.12	97.56
								98.82	97.67

表2 精密度测定结果

序号	丁草胺含量(%)	平均值(%)	标准偏差(%)	变异系数(%)	扑草净含量(%)	平均值(%)	标准偏差(%)	变异系数(%)
1	9.45				2.40			
2	9.47				2.42			
3	9.49	9.39	0.17	1.66	2.38	2.41	0.20	0.96
4	9.32				2.37			
5	9.35				2.43			
6	9.30				2.41			

4.3 方法准确度(回收率)的测定

按上面的操作过程,分别称取约为1.0 g样品5份,分别准确配加不同质量的标准(下转第61页)

年又增加了草莓进口量,但我国草莓在数量、质量和加工能力上还未能全部达到出口草莓商品的要求。因此,草莓加工市场潜力巨大。大力发展草莓深加工企业,是拓宽草莓销售渠道,提高草莓经济效益的有效途径。

参考文献:

[1] 邓明琴,等. 草莓科研文选[M]. 沈阳:辽宁科学技术出版社,1990.

[2] 高凤娟. 现代草莓生产新技术[M]. 北京:中国农业科技出版社,1999.

[3] 邓明琴,等. 中国果树志草莓卷[M]. 北京:中国林业出版社,2005.

[4] 张运涛,等. 草莓种植与藏运技术[M]. 北京:中国农业出版社,2001.

(上接第 43 页)主要微量元素的比上明显低于高产土壤。

3 结论

吉林省玉米高产土壤与一般土壤在肥力体型方面存在明显的差异,主要表现为高产土壤在土体构造以及与其相关的土壤通透性、水分状况和土壤紧实度等方面与一般土壤有质的差别。

吉林省玉米高产土壤与一般土壤在土壤养分状况方面亦存在明显的差异,这种差异不仅表现在各种营养元素在绝对量上的不同,同时,也表现在各种营养元素在比例上的差别。

吉林省玉米高产土壤与一般土壤在综合肥力上的差异,不仅表现在 0~20 cm 土层,而且更主要是表现在 21~40 cm、甚至 41~60 cm 土层上的肥力差别。因此,在进行高产土壤的建立过程中,应以深施肥料(有机和无机肥料)和机械深松等项技术为主,重点加强 21~40 cm、甚至 41~60 cm 土层土壤综合肥力的提高。

参考文献:

[1] 陈恩凤. 土壤肥力物质基础及其调控[M]. 北京:科学技术出版社,1990.

[2] 陈恩凤. 土壤肥力实质的研究. 黑土. 陈恩凤文集[M]. 沈阳:辽宁科学技术出版社,1990,208-218.

[3] 朱平,等. 中国土地退化防治研究[M]. 北京:中国科学技术出版社,1990,332-335.

[4] 劳家桢. 土壤农化分析手册[M]. 北京:农业出版社,1988.

(上接第 58 页)

品,按样品的操作程序测其含量,测得丁草胺的回收率为 98.82%,扑草净的回收率为 97.67%(表 1)。

4.4 方法精确度和精密度

按上述方法和条件,准确称取样品 5 个,平行测其含量,丁草胺和扑草净的标准偏差分别为 0.17、0.20,变异系数分别为 1.66%、0.96%(表 2)。

5 结论

综上所述,本方法线性范围广,有较高的精密度和准确度,方法简单、快速、准确,实现两种农药在同一操作过程完成分离测定,可用于生产监测及监督部门的抽检控制。

参考文献:

[1] 罗占中,等. 丁草胺等防除稻田杂草示范总结[J]. 杂草科学,1997,(3):20-21.

[2] 朱晶. 丁草胺和西草净复配制剂的气相色谱分析法[J]. 农药科学与管理,1998,(2):2-3.

[3] 王义生. 40%乙扑 Ec 的气相色谱分析研究[J]. 现代农药,2005,(2):23-24.