

氟乐灵的气相色谱分析

范志光 姜云腾

(吉林农业大学)

本文以阿特拉津为内标物, 5%OV-101/Gas Chrom Q(80~100目)为填充物的长2米、内径2.5毫米的玻璃柱, 柱温为200℃的气相色谱方法(FID)测定氟乐灵。保留时间氟乐灵为5分13秒; 内标物为6分20秒。该方法的标准偏差为0.234%, 变异系数为0.43%; 回收率为100.97%。另外, 采用外标方法(ECD, FID)对该药剂的定量分析方法也进行了探讨。

关于氟乐灵的分析方法, 文献报道的主要有紫外分光光度法、气相色谱法^[1,2]。针对上述方法存在的问题, 我们在选用内标物、柱填充物^[3]上进行了研究, 找到了较为适宜的内标物和柱填充物, 同时选择了较为适宜的柱温和载气, 并比较和分析了外标、内标两种定量分析方法对测定同一制剂有效成分含量所产生的误差。

实验部分

一、仪器及试剂

气相色谱仪: SP501型(FID); SP2305型(ECD)。

氟乐灵标准品: 99.5%

内标物阿特拉津: 99.2%

丙酮: 分析纯

48%氟乐灵乳油(哈尔滨化工六厂生产)

二、气相色谱条件

1. 采用 SP501型 FID 的条件

色谱柱: 2米×2.5毫米玻璃柱

填充物: 5%OV-101/Gas Chrom Q(80~100目)

柱温: 200℃, 检测室: 230℃; 汽化室: 230℃。

载气: 氮气1: 40毫升/分; 氢气1: 55毫升/分; 空气1: 340毫升/分。氮气2: 38毫升/分; 氢气2: 60毫升/分; 空气2: 400毫升/分。

衰 减: 1/4; 灵敏度: 10³; 纸速: 300毫

米/小时。

进样量: 1微升

2. 采用 SP2305型 ECD 的条件

色谱柱: 0.5米×2.5毫米玻璃柱

填充物: 3% OV-17/Chromosorb W HP (80~100目)

柱温: 180℃; 检测室: 235℃; 汽化室: 235℃。

载气(N₂): 60毫升/分; 衰减: 8。

脉冲选择: 2; 高阻: 109; 纸速: 300毫米/小时。

进样量: 1微升

三、分析方法

1. 采用 SP501型 FID 的内标法

(1) 标准溶液的配制

称取约20毫克(准确至0.1毫克)氟乐灵标准品和25毫克(准确至0.1毫克)的内标物阿特拉津, 于同一5毫升容量瓶中, 用丙酮定容摇匀。

(2) 校正因子(f₁⁰)的测定

待仪器按前述条件稳定后, 进上标液1微升, 得氟乐灵和内标物色谱峰如图1中B和C。量取峰高, 按下页公式(1)求出校正因子(f₁⁰)。

(3) 样品分析

称取约含氟乐灵有效成分15毫克(准确到0.1毫克)的样品和20毫克(准确到0.1毫克)内标物阿特拉津于同一5毫升容量瓶中, 用丙酮定容摇匀。以标样的色谱条件进样1微升, 氟乐灵样品和内标物的色谱峰如图1中B和C。按下页公式(2)计算氟乐灵的含量(%)

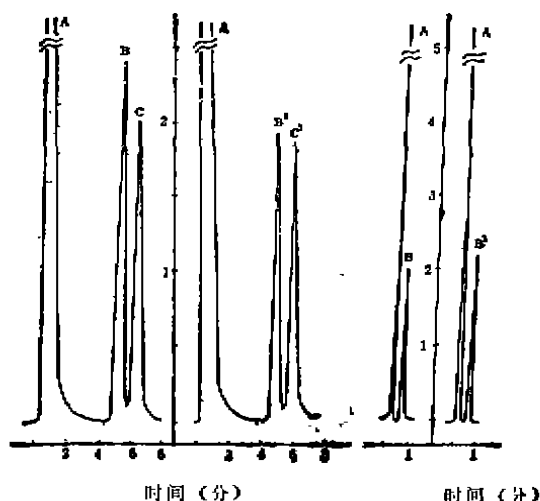


图 1

A 为溶剂
B 为纯品 5.219 分
C 为纯品中内标 6.335 分
B¹ 为样品 5.217 分
C¹ 为样品中内标 6.334 分

图 2

A 为溶剂
B 为 0.2 ppm 纯品
0.647 分
B¹ 为样品 0.648 分

$$f_A = \frac{h_{内} \cdot W_{标}}{h_{标} \cdot W_{内}} \times P \dots (1)$$

$h_{内}$ 、 $h_{标}$ 分别为内标物和氟乐灵标准品峰高(厘米)
 $W_{内}$ 、 $W_{标}$ 分别为称取内标物和氟乐灵标准品重量(毫克)
 P 为氟乐灵标准品的含量(%)

$$X(\%) = \frac{h_{样} \cdot W_{内}}{h_{内} \cdot W_{样}} \times f_A \times 100\% \dots (2)$$

$h_{样}$ 、 $h_{内}$ 分别为氟乐灵样品和内标物峰高(厘米)
 $W_{样}$ 、 $W_{内}$ 分别为称取氟乐灵样品和内标物重量(毫克)
 f_A 为求得的校正因子

2. 采用 SP 2305 型 ECD 的标准曲线法 (外标法)

(1) 标准曲线的绘制

称取氟乐灵标准品 100 毫克 (准确到 0.1 毫克) 于 100 毫升容量瓶中, 用丙酮定容摇匀, 再分别稀释成 0.05、0.1、0.2、0.4 ppm 的标准溶液。待仪器按前述条件稳定后, 进样 1 微升, 得氟乐灵标准品色谱峰如图 2 中 B, 保留时间为 38.7 秒。以峰高为纵坐标, 标准溶液浓度为横坐标作图, 得标准曲线。

(2) 样品分析

称取约含氟乐灵有效成分 0.1000 克 (准确到 0.1 毫克) 的样品于 100 毫升容量瓶中, 用丙酮定容。再经几次稀释, 使最终有效成分浓度

在 0.1~0.4 ppm 之间。以标样的色谱条件进样 1 微升, 得氟乐灵样品的色谱峰如图 2 中 B¹。氟乐灵乳油含量(x%)按下列公式(3)计算:

$$X\% = \frac{C \times T}{G} \times 10^6 \times 100\% \dots (3)$$

C 为从标准曲线查得样品浓度 (ppm)

T 为样品溶液的稀释倍数

G 为称取氟乐灵乳油的重量 (克)

3. 采用 SP501 型 FID 的标准曲线法 (外标法)

该方法的标液和样品液的配制及结果计算与方法 2 大致相同。所使用的色谱条件与方法 1 完全一致, 所得色谱峰的峰形、保留时间与方法 1 所得氟乐灵的色谱峰是相类似的, 如图 1 中 B 和 B¹。

结果与讨论

一、样品含量用三种分析方法的测定结果及其精密度和准确度见表 1。

48% 氟乐灵乳油含量测定及统计结果 表 1

	内标法 (FID)	外标法	
		ECD	FID
氟乐灵含量 (%)	47.5	45.7	46.4
标准偏差 (%)	0.234	0.313	0.290
变异系数 (%)	0.49	0.68	0.62
回收率 (%)	99.3~102.4	99.0~102.1	99.3~101.7

从表 1 可以看出, 三种定量方法中, 以内标法 (FID) 较为理想。

二、在上述分析条件下, 未见有热解现象。故适用于氟乐灵原药及制剂的分析。

三、因为在阿特拉津流出之前, 未见有杂质峰, 故可用来分析 40% 阿特拉津胶悬剂。

四、本文提出的 5% OV-101/Gas Chrom Q 柱内填充物, 只要改变柱温和汽化室温度, 可对多种农药进行定性、定量分析。

参 考 文 献

- [1] 沈阳化工研究院,《CIPAC 手册 1A 卷》303~306 (1984)
- [2] 《农药分析》(第三版)496~498, 化学工业出版社 (1988)
- [3] 张大弟等,《上海环境科学》7(6), 11~15 (1988)

收稿日期: 1990.1.8