

⑧ 26-27

福美双混剂的定量分析

张浩 范志先[√] 许允成

(吉林农业大学, 长春 130118)

TQ 455

A 摘要: 本文采用了黄原酸盐法和气相色谱法测定了一种杀菌混剂中福美双、甲霜灵和稻瘟灵的含量。福美双、甲霜灵和稻瘟灵的平均回收率分别为 99.8%、99.2% 和 98.4%; 相对应的变异系数分别为 0.15%、0.74% 和 0.83%。

关键词: 福美双 杀菌混剂 黄原酸盐法 气相色谱法

定量分析,

甲霜灵, 稻瘟灵,

福美双、甲霜灵和稻瘟灵的各自分析方法, 均有文献报道^[1-3]。但对其混剂的分析方法尚未见发表。

本文采取两步法测定了一种福美双混剂(福美双+甲霜灵+稻瘟灵)中的有效成分含量。先用一个内标物, 在同一根色谱柱、相同的色谱条件下完成了甲霜灵、稻瘟灵二个农药组分的分析; 再用黄原酸盐法对福美双进行分析, 均具有较好的准确度和精密度, 可用于生产控制和成品分析。

实验部分

一、仪器和试剂

气相色谱仪为 SP-501 型, 配 FID 检测器。CR-3A 数据处理机, 10 微升进样器

福美双标准品 含量 ≥ 98%

甲霜灵标准品 含量 ≥ 98.5%

稻瘟灵标准品 含量 ≥ 96.8%

内标物十八烷, 经色谱分析无干扰杂质峰
氯仿(分析纯)

二、色谱条件

色谱柱: 2 米 × 3 毫米玻璃柱, 内装 5% OV-101+Gas Chrom Q (80~100 目)

柱温: 200℃; 汽化室 265℃; 检测室 265℃。

载气 (N₂) 30 毫升/分, 氢气 40 毫升/分, 空气 500 毫升/分。

纸速: 2 毫米/分

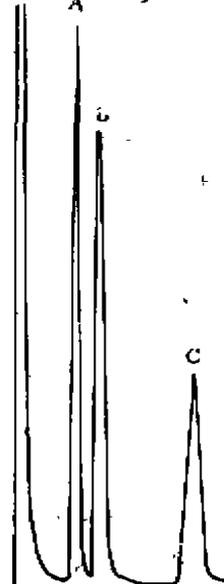
进样量: 1 微升

保留时间: 内标物 3.8 分, 甲霜灵 5.2 分, 稻瘟灵 10.9 分。

三、溶液配制

1. 内标溶液配制: 称取约 2.5 克十八烷, 放入 1000 毫升容量瓶中, 用三氯甲烷溶解并稀释至刻度摇匀。

2. 标准溶液的制备: 称取甲霜灵标准品 0.2 克, 稻瘟灵 0.1 克(准确至 0.2 毫克)置于一个 25 毫升具塞玻璃瓶中, 用移液管准确移入 20 毫升内标液, 盖好瓶塞, 摇匀备用。



3. 样品溶液的制备:

称取混剂样品约 2.0 克(精确至 0.2 毫克), 置于 25 毫升具塞玻璃瓶中, 用移液管准确加入 20 毫升内标液, 盖好瓶塞, 剧烈振摇 10 分钟, 放置 10 分钟以上(必要时离心 5 分钟), 取上清液进样。

四、甲霜灵和稻瘟灵含量的测定

在上述条件下, 待仪器稳定后, 按一针标准溶液, 二针试样溶液, 再一针标准溶液顺序进样。按式 (1)、(2) 计算有效成分含量。

甲霜灵的质量百分含量 x₁:

$$x_1 = \frac{\bar{r}_2 \cdot m_1 \cdot p_1}{\bar{r}_1 \cdot m_2} \dots \dots (1)$$

稻瘟灵的质量百分含量 x₂:

$$x_2 = \frac{\bar{r}_4 \cdot m_3 \cdot p_2}{\bar{r}_3 \cdot m_2}$$

式中: \bar{r}_i 为标样溶液中甲霜灵与内标物峰高的平

均值

\bar{r}_2 为试样溶液中甲霜灵与内标物峰高的平均值

m_1 为甲霜灵标准品的称样量 (克)

m_2 为混剂试样的称样量 (克)

\bar{r}_3 为标样溶液中稻瘟灵与内标物峰高的平均值

\bar{r}_4 为试样溶液中稻瘟灵与内标物峰高的平均值

m_3 为稻瘟灵标准品的称样量 (克)

p_1 为甲霜灵标准样品的百分含量 (%)

p_2 为稻瘟灵标准样品的百分含量 (%)

五、福美双含量的测定

直接用黄原酸盐法测定混剂中福美双含量^[1]。

结果与讨论

一、色谱柱的选择

试验对 SE-30、OV-101、OV-17 三种固定液进行考查, 其结果表明 OV-101 柱分离度及峰形最佳, 具有较好的稳定性。

二、分析方法的线性范围

按照上述色谱条件, 以样品有效成分和内标物的质量比为横座标, 以它们峰面积比为纵座标, 得出甲霜灵、稻瘟灵两条工作曲线, 相关系数分别为 $r_1=0.9999$ 、 $r_2=0.9998$, 说明线性关系良好。如图 2。

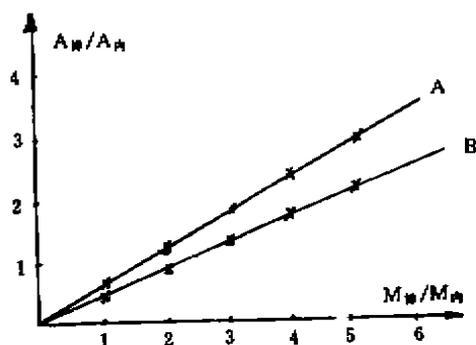


图2 甲霜灵(A) 稻瘟灵(B) 线性关系

三、方法的精密度测定

按本方法对同一样品多次重复测定, 测得

本方法甲霜灵标准偏差为 0.73, 变异系数为 0.74%, 稻瘟灵标准偏差为 0.81, 变异系数为 0.83%, 福美双标准偏差为 0.09, 变异系数为 0.15%。

四、准确度测定

采用一已知含量样品, 分析加入已知重量福美双、甲霜灵和稻瘟灵标准品, 按本方法测定福美双、甲霜灵和稻瘟灵回收率为 99.8%、99.2%、98.4%。

试验表明, 采用黄原酸盐法测定福美双含量时, 其他两组分农药几乎没有干扰, 而用本方法确定的气相色谱操作条件能同时完成混剂中甲霜灵、稻瘟灵两个有效成分的分析, 且能获得较好的精确度和准确度, 三种有效成分均能分别得到满意的定量结果。

参考文献

1. 中国农科院植保所等合编, 《农药分析》(第三版), 化学工业出版社, 北京 (1988)
2. 化工部化工产品标准审查委员会编, 《农药标准汇编》, 中国标准出版社, 北京 (1991)
3. HG2206-91 甲霜灵粉剂

Quantitative Analysis of a Fungicide Mixture

Zhang Hao Fan Zhixian et al.

(Jilin Agricultural University, Changchun 130118)

Abstract: A practical and accurate method for the determination of a fungicide mixture (thiram + metalaxyl + isoprothiolane) by xanthogenate method and GLC was developed. The mean recoveries of thiram, metalaxyl and isoprothiolane were 99.8%, 99.2% and 98.4%, respectively.

The coefficients of variation were 0.15%, 0.74% and 0.83%, respectively.

Key words: thiram, fungicide mixture, xanthogenate method, GLC.

来稿日期: 1995. 3. 8