

稀禾啉乳油含量紫外分析方法

范志光

(吉林农业大学)

关于稀禾啉(NP-55)乳油含量分析方法还未见报道。虽然高效液相色谱法是分析稀禾啉乳油含量的理想方法,但通过简单的净化步骤,紫外分光光度法仍是一种简便、快速、准确可靠的定量分析方法之一。⁽¹⁾本方法相对误差 $\pm 0.32\%$;标准偏差小于0.08;线性关系 10^2 ;检测极限达0.1ppm(2.5微克/毫升)。

一、仪器和试剂

1. 仪器:日本产岛津UV-240紫外分光光度计,分液漏斗等玻璃仪器。

2. 试剂:甲醇、正己烷、二氯甲烷均为分析纯

氢氧化钠、盐酸、硫代硫酸钠均为优级纯。稀禾啉标准品:99.33%,日本曹达公司提供。

稀禾啉乳油:12.5%、20%,日本曹达公司生产。

3. 测定条件及紫外谱图

UV-240紫外分光光度计1厘米石英槽,用0.1N氢氧化钠作参比,每一样品在240~320纳米波长范围内自动扫描绘制紫外光谱图(如图1)。

二、测定步骤

1. 求系数值:将稀禾啉标准品用0.1N

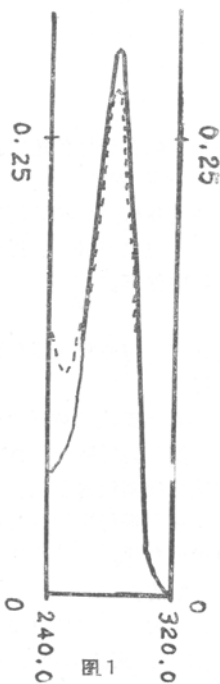


图1
——稀禾啉4ppmm标准品
-----稀禾啉乳油净化样品
.....稀禾啉乳油未净化样品

氢氧化钠配制成2、4、6ppm标准品，按上述测定条件，采用3λ法进行定量分析。

系数为1时，得到的(2)-(1)，(3)项值乘上一个系数，使其得到相对应的标准品浓度值。把得到的三个系数平均后，输入给FACTOR，稀禾啉为17.07。然后即可对未知样本进行准确的定量分析并同时打印出浓度值。

2. 稀禾啉乳油的净化(液液分配法)：称取稀禾啉乳油，12.5%机油乳剂为0.8000克，20%乳油为0.5000克于100毫升容量瓶中，然后用0.1N氢氧化钠溶液定容，准确吸取L毫升放于第二只100毫升容量瓶中，使其浓度为100ppm(按乳油原始含量计算)。准确吸取1毫升100ppm样本放于分液漏斗中，加入100毫升50%甲醇水溶液，用浓盐酸调pH1~2，然后用100毫升正己烷分两次抽提甲醇水溶液；接着用100毫升0.1N氢氧化钠分两次抽提正己烷，将碱液用浓盐酸调pH1~2，再用100毫升二氯甲烷分两次萃取酸液，最后用吸管准确吸取25毫升0.2N氢氧化钠溶液抽提二氯甲烷，0.2N氢氧化钠溶液即可马上测定。按照上述

净化方法操作，4ppm稀禾啉标准品的回收率为90.07%(五次测定平均值)。

3. 测定结果及统计

稀禾啉乳油含量计算公式：

$$x\% = \frac{C \times 100 \times \frac{100}{L} \times \frac{25}{1} \times 10^{-6}}{G \times 0.9007} \times 100$$

式中：x：稀禾啉乳油百分含量值(%)

C：仪器测定浓度值(ppm)

L：吸取第一只100毫升容量瓶样品体积(毫升)

G：称取稀禾啉乳油的重量(克)

0.9007为回收校正系数

按照上式计算结果和统计见表1。

稀禾啉乳油含量测定结果及统计 表1

剂型	测定浓度(%)*	标准偏差
1984年12.5%机油乳剂	12.64	0.04
1985年12.5%机油乳剂	12.87	0.05
1985年20%乳油	19.79	0.08

* 测定浓度为三次抽样平均值

三、讨论

稀禾啉在长期贮藏过程中会氧化降解。其主要产物是M-SO、M₂-SO₂。M-SO最大吸收波长虽在283纳米，但它不溶于正己烷(40ppm三次重复回收率均为零)，故净化后样品中不包含M-SO。M₂-SO₂最大吸收波长为254纳米，也不会有干扰。

由于采用了3λ定量分析方法，可以校正基线增高和干扰物质的影响。

据1984年12.5%机油乳剂含量测定数据可知，在正常条件下贮藏二年的稀禾啉乳油是比较稳定的。

参考文献

[1] 刘伊玲等《农药》5,33~34(1985)

收稿日期：1985.11.4

责任编辑：姜雅君