

◆ 农药分析 ◆

# 气相色谱法分析 20% 噁霉·稻瘟灵微乳剂

李改云

(山西省应用化学研究所,太原 030027)

**摘要:**介绍了以OV-101毛细管色谱柱为分析柱,邻苯二甲酸二乙酯为内标物,采用FID检测器对20%噁霉·稻瘟灵微乳剂中噁霉灵与稻瘟灵两组分同时进行气相色谱分离测定的方法。结果表明:噁霉灵与稻瘟灵的线性相关系数分别为0.999 6、0.999 7,标准偏差分别为0.151、0.125,变异系数分别为1.46%、1.22%,回收率分别为98.55%~101.74%、98.50%~100.67%。

**关键词:**噁霉灵;稻瘟灵;气相色谱;分析

中图分类号:TQ 450.7 文献标志码:A doi:10.3969/j.issn.1671-5284.2017.03.010

## Analysis of Hymexazol + Isoprothiolane 20% ME by GC

LI Gai-yun

(Shanxi Research Institute of Applied Chemistry, Taiyuan 030027, China)

**Abstract:** A quantitative analysis method was established for determination of hymexazol + isoprothiolane 20% ME by GC in this paper. The sample was separated on OV-101 capillary column using diethyl phthalate as internal standard and detected by flame ionization detector. The results showed that the linear correlation coefficients of hymexazol and isoprothiolane were 0.999 6 and 0.999 7, the standard deviations were 0.151 and 0.125, the coefficients of variation were 1.46% and 1.22%, the recoveries were 98.55%-101.74% and 98.50%-100.67%, respectively.

**Key words:** hymexazol; isoprothiolane; GC; analysis

噁霉灵(hymexazol)是内吸性土壤杀菌剂、种子消毒剂,同时具有一些植物生长调节作用。它是世界上公认的无公害、无残留、低毒农药<sup>[1]</sup>。稻瘟灵(isoprothiolane)为选择、内吸性杀菌剂,具有保护和治疗活性,主要通过抑制磷酸N-甲基转移酶,阻碍病菌脂质代谢,从而抑制病菌生长,对稻瘟病有特效<sup>[2]</sup>。20%噁霉·稻瘟灵微乳剂是由噁霉灵与稻瘟灵复配而成,两者药效具有协同作用,主要用于育秧苗床防治立枯病和作物枯萎病等根茎病害。目前,噁霉灵与稻瘟灵单剂<sup>[3-6]</sup>及二者复配制剂的高效液相色谱<sup>[7]</sup>分析方法已有报道,但利用气相色谱法对两者复配制剂进行分析测定还未见报道。本文采用气相色谱程序升温法对20%噁霉·稻瘟灵微乳剂中2种有效成分同时进行分离测定。该方法操作简单、快速,且准确度高、重现性好,适用于生产企业及质检部门的常规分析。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器与试剂

SP-3420型气相色谱仪(带FID检测器及气相色谱数据处理工作站),北京北分瑞利分析仪器有限公司;OV-101色谱柱(30 m × 0.25 mm,石英毛细管柱);微量进样器:10 μL。

噁霉灵标准品(≥99.0%)、稻瘟灵标准品(≥98.0%)、国家农药质检中心;20%噁霉·稻瘟灵微乳剂(10%噁霉灵+10%稻瘟灵),武汉久农作物保护有限公司。内标物:邻苯二甲酸二乙酯(无干扰分析杂质)。溶剂:丙酮(分析纯)。

### 1.2 色谱操作条件

柱温:初温150℃,保持3 min,以30℃/min升温速率升至终温240℃,保持4 min。进样口温度:260℃;检测器温度:260℃;气体流速(mL/min):载气(N<sub>2</sub>)

收稿日期:2016-10-19

作者简介:李改云(1984—),女,山西省吕梁市人,硕士,工程师,主要从事农药化肥产品的分析检测工作。E-mail: sxlg0711@sina.com

30、氢气30、尾吹气(N<sub>2</sub>)30、空气300,分流比20:1;进样量:1.0 μL。保留时间:噁霉灵约1.4 min,稻瘟灵约7.3 min,邻苯二甲酸二乙酯约4.1 min。

### 1.3 操作步骤

#### 1.3.1 内标溶液的配制

称取邻苯二甲酸二乙酯约1.0 g(精确至0.000 2 g),置于50 mL容量瓶中,用丙酮溶解并定容至刻度,摇匀备用。

#### 1.3.2 标样溶液的配制

分别称取噁霉灵、稻瘟灵标准品各0.10 g(精确至0.000 2 g),置于同一10 mL容量瓶中,再准确加入5 mL内标溶液,用丙酮定容至刻度,振摇后静置。

#### 1.3.3 试样溶液的配制

称取20%噁霉·稻瘟灵微乳剂1.0 g(精确至0.000 2 g)于10 mL容量瓶中,加入5 mL内标溶液,再用丙酮稀释至刻度,摇匀后过滤以备用。

#### 1.3.4 测定

在上述操作条件下,待仪器基线平稳后,连续注入数针标样溶液,直至相邻2针噁霉灵(或稻瘟灵)与内标物峰面积比的相对变化值<1.5%时,即可对样品进行分析测定。按标样、试样、试样、标样溶液的顺序进样测定。标样溶液及试样溶液色谱图见图1、图2。

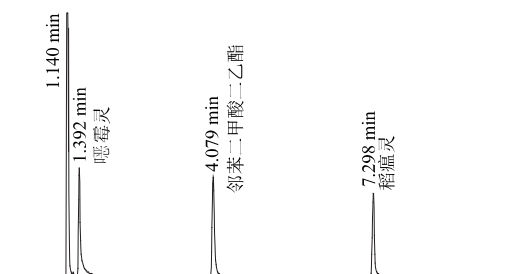


图1 标样溶液色谱图

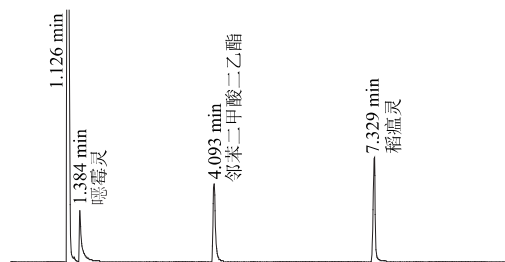


图2 试样溶液色谱图

#### 1.3.5 计算

试样中噁霉灵(或稻瘟灵)质量分数 $w(\%)$ 计算公式如式(1)。

$$w/\% = \frac{A_2 \times m_1 \times P}{A_1 \times m_2} \quad (1)$$

式中: $A_1$ —标样溶液中噁霉灵(或稻瘟灵)峰面积与内标物峰面积比的平均值; $A_2$ —试样溶液中噁霉灵(或稻瘟灵)峰面积与内标物峰面积比的平均值; $m_1$ —噁霉灵(或稻瘟灵)标准品的质量,g; $m_2$ —试样的质量,g; $P$ —噁霉灵(或稻瘟灵)标准品的质量分数,%。

## 2 结果与讨论

### 2.1 色谱柱的选择

本文选取了OV-101、SE-30、AT键合PEG-20M等非极性毛细管柱与极性毛细管柱进行实验。实验结果表明,在OV-101毛细管柱上进行分析测定时,噁霉灵、稻瘟灵、内标物及杂质均能有效分离,且分析速度快,峰型尖锐。因此,选用OV-101毛细管柱作为分析色谱柱。

### 2.2 内标物的选择

为了使试样中噁霉灵与稻瘟灵在同条件下得到较好的分离,分别以磷酸三苯酯、邻苯二甲酸二乙酯、邻苯二甲酸二丁酯、癸二酸二丁酯等为内标进行实验。结果发现,选用邻苯二甲酸二乙酯为内标时,其能与试样中有效成分及杂质完全分离,且出峰时间快。

### 2.3 方法线性相关性测定

称取噁霉灵标准品、稻瘟灵标准品各0.85 g(精确至0.000 2 g),置于同一25 mL容量瓶中,加丙酮溶解并定容至刻度,将此溶液作为标样储备液。向5个10 mL容量瓶中分别移入标样储备液1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0 mL,再分别加入5.0 mL内标溶液,用丙酮定容,配制成不同浓度的溶液。在上述选定的色谱条件下进行分析测定,以噁霉灵(或稻瘟灵)与内标物的质量比为横坐标,噁霉灵(或稻瘟灵)与内标物峰面积比为纵坐标,绘制工作曲线。噁霉灵与稻瘟灵线性方程分别为 $y=0.474 0x+0.014 2$ 、 $y=0.677 7x+0.001 9$ ,相关系数分别为 $R^2=0.999 6$ 、 $R^2=0.999 7$ 。表明噁霉灵与稻瘟灵线性关系均良好。

### 2.4 方法精密度测定

准确称取一定含量的试样5份,在上述色谱条件下,对试样进行平行测定,测定结果见表1。噁霉灵、稻瘟灵的标准偏差分别为0.151、0.125,变异系

数分别为1.46%、1.22%；

表1 方法精密度测定结果

有效成分	质量分数/%					平均值	标准偏差	变异系数/%
	1	2	3	4	5			
噁霉灵	10.26	10.08	10.49	10.34	10.23	10.28	0.151	1.46
稻瘟灵	10.21	10.38	10.15	10.46	10.29	10.30	0.125	1.22

## 2.5 方法准确度测定

在已知含量的20%噁霉·稻瘟灵微乳剂中,加入一定量标准品,在前述的操作条件下进行测定,计算回收率。测得噁霉灵的回收率为98.55%~101.74%,稻瘟灵的回收率为98.50%~100.67%(见表2)。

表2 方法准确度测定结果

序号	加入量/g		实测值/g		回收率/%	
	噁霉灵	稻瘟灵	噁霉灵	稻瘟灵	噁霉灵	稻瘟灵
1	0.021 7	0.020 1	0.021 4	0.019 8	98.62	98.50
2	0.024 6	0.025 3	0.024 8	0.025 2	100.81	99.60
3	0.029 7	0.029 9	0.029 5	0.030 1	99.33	100.67
4	0.034 6	0.035 2	0.034 2	0.035 0	98.55	99.43
5	0.040 2	0.040 3	0.040 9	0.040 0	101.74	99.26

## 3 结论

采用气相色谱程序升温法可以同时测定20%噁

霉·稻瘟灵微乳剂中噁霉灵与稻瘟灵的质量分数。该方法分离效果好,分析速度快,且准确度高,精密度好,可满足该复配制剂的分析要求,是一种行之有效的分析方法。

### 参考文献

- [1] 张会春. 无公害农药噁霉灵的应用 [J]. 云南农业科技, 2006 (1): 45-46.
- [2] 程运斌, 刘育清. 40%异稻·稻瘟灵乳油的气相色谱分析 [J]. 农药, 2010, 49 (8): 578-580.
- [3] 许允成, 崔丽丽, 王燕, 等. 噁霉灵在人参和土壤中的残留动态及最终残留量研究 [J]. 现代农药, 2015, 14 (1): 29-31.
- [4] 蔡柳燕, 梁春实, 魏树龙, 等. 固相萃取-气相色谱-质谱联用法测定蔬菜和小麦粉的噁霉灵 [J]. 中国食品卫生杂志, 2015, 27 (6): 643-645.
- [5] 尤青山. 气相色谱法测定大米中稻瘟灵残留量 [J]. 黑龙江农业科学, 2009 (5): 105-107.
- [6] 潘静, 马超, 徐妍, 等. 42%己唑·稻瘟灵悬浮剂的气相色谱分析 [J]. 现代农药, 2016, 15 (1): 25-27.
- [7] 刘玮玮, 慕卫, 朱炳煜, 等. 高效液相色谱法测定稻·噁乳油含量 [J]. 精细化工中间体, 2007, 37 (1): 67-68.

(责任编辑:顾林玲)

(上接第34页)

归方程分别为 $y=1\ 259\ 262.549\ 4\ x-981.975$ (图3)和 $y=610\ 263.363\ 2\ x-1\ 014.925$ (图4)。两者线性相关系数( $R^2$ )均为1.000 0。

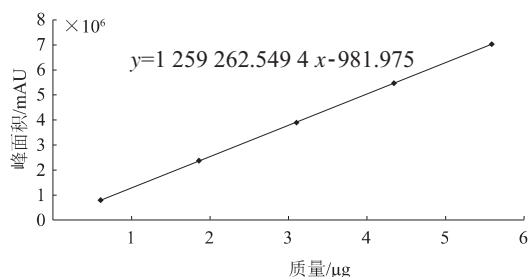


图3 吡虫啉标准曲线

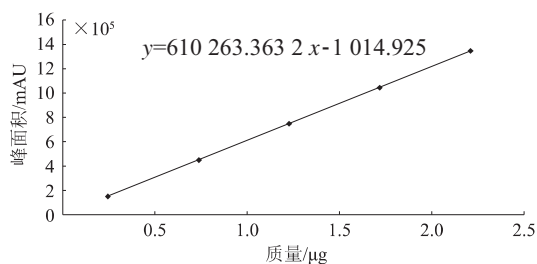


图4 咪鲜胺标准曲线

## 3 结论

本方法能同时测定吡虫啉和咪鲜胺含量,且所有组分在10 min内均能完全出峰,无杂峰影响。实验结果表明,本方法对吡虫啉和咪鲜胺复配制剂进行同柱分析,具有定量准确,重复性好,分析速度快,线性关系良好,操作简便等特点,是较为理想的分析方法。

### 参考文献

- [1] 华纯. 浅议吡虫啉的剂型 [J]. 现代农药, 2007, 6 (4): 11-13.
- [2] 柏亚罗. 噁虫嗪和吡虫啉伯仲之间 新烟碱类杀虫剂因其而精彩 [DB/OL]. (2016-06-15) [2016-10-11]. [http://www.agroinfo.com.cn/news\\_detail\\_7134.html](http://www.agroinfo.com.cn/news_detail_7134.html).
- [3] 乔琳, 侯红敏, 朱爱东, 等. 咪鲜胺在小麦田中的残留消解与膳食风险评估 [J]. 现代农药, 2015, 14 (3): 43-46.

(责任编辑:顾林玲)