

◆ 农药分析 ◆

23%烟嘧·莠去津可分散油悬浮剂气相色谱分析

柴化鹏

(山西省应用化学研究所, 山西省化肥农药产品质量监督检验站, 太原 030027)

摘要:建立了23%烟嘧·莠去津可分散油悬浮剂的气相色谱分析方法,以邻苯二甲酸二甲酯为内标物,使用TR-5石英毛细管柱和氢火焰离子化检测器进行分离和测定。烟嘧磺隆和莠去津线性相关系数分别为0.999 1和0.999 6,标准偏差分别为0.043和0.143,变异系数分别1.44%和0.71%,回收率分别为98.10%~102.09%和98.59%~102.12%。该方法简便、快速,精确度和准确度高,线性关系好。

关键词:烟嘧磺隆;莠去津;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.1671-5284.2018.01.011

Analytical Method of Nicosulfuron + Atrazine 23% OD by GC

CHAI Hua-peng

(Shanxi Quality Supervision and Inspection Station of Fertilizer and Pesticide Products, Shanxi Institute of Applied Chemistry, Taiyuan 030027, China)

Abstract: The quantitative analytical method of nicosulfuron + atrazine 23% OD was established by GC. The internal standard was dimethyl phthalate, the chromatographic column was TR-5 capillary column. The results showed that the linear correlation coefficients of nicosulfuron and atrazine were 0.999 1 and 0.999 6, the standard deviations were 0.043 and 0.143, the variation coefficients were 1.44% and 0.71%, the average recoveries were 98.10%-102.09% and 98.59%-102.12%. The method was a suitable analytical method with fast speed, high precision and accuracy.

Key words: nicosulfuron; atrazine; GC; analysis

莠去津是以根吸收为主的三嗪类除草剂,也是使用最广泛的除草剂品种之一,单位使用量大。莠去津易产生抗药性,通常与其它药剂复配使用^[1]。烟嘧磺隆是内吸传导型磺酰脲类除草剂,可被植物的茎叶和根部吸收并迅速传导。两者复配制剂23%烟嘧·莠去津可分散油悬浮剂,对玉米田禾本科杂草、阔叶杂草及莎草科杂草有效,且用药量少、成本低、人畜安全。此外,两者复配能减缓抗药性的发展。烟嘧·莠去津可分散油悬浮剂高效液相色谱分析已有研究,但气相色谱分析方法未见报道^[2-3]。

本文采用气相色谱,在同一色谱条件下,利用同一色谱柱,采用程序升温方法,同时对2种有效成分烟嘧磺隆、莠去津进行测定^[4]。方法精密度好,回收率高,且简便、快速、准确,适用于生产企业的产

品分析。

1 试验部分

1.1 仪器及试剂

气相色谱仪Thermo TRACE 1300,具氢火焰离子化检测器;Chromeleon色谱工作站;色谱柱:TR-5石英毛细管柱(30 m×0.32 mm,0.25 μm);超声波振荡器。

内标物:邻苯二甲酸二甲酯,应无干扰分析的物质。烟嘧磺隆标准品(≥98.0%),沈阳科发新技术开发公司;莠去津标准品(≥98.0%),上海市农药研究所有限公司;23%烟嘧·莠去津可分散油悬浮剂(3%烟嘧磺隆+20%莠去津),青岛瀚生生物科技股份有限公司。丙酮、三氯甲烷(分析纯)。

收稿日期:2017-10-10;修回日期:2017-10-26

作者简介:柴化鹏(1984—),男,山西省运城市人,工程师,从事化肥、农药产品质量监督检验工作。E-mail:zhp216@163.com

1.2 气相色谱操作条件

柱室温度:初温130℃,保持3 min,以30℃/min速率升温至190℃,保持15 min;汽化室温度:230℃;检测室温度:230℃;分流比:20:1;进样体积:1 μL;气体流量:空气350 mL/min、氢气35 mL/min、氮气35 mL/min。保留时间:烟嘧磺隆约4.2 min,邻苯二甲酸二甲酯约5.1 min,莠去津约7.9 min。

1.3 溶液配制

1.3.1 内标溶液配制

称取邻苯二甲酸二甲酯1 g(精确至0.000 2 g)于100 mL容量瓶中,用丙酮溶解并定容,摇匀,备用。

1.3.2 标样溶液的配制

分别称取烟嘧磺隆标准品0.025 0 g、莠去津标准品0.150 0 g(精确至0.000 2 g)于25 mL容量瓶中,准确加入5.0 mL内标溶液,加入三氯甲烷10 mL,超声波振荡10 min,冷却至室温,用三氯甲烷定容,摇匀,备用。

1.3.3 试样溶液的配制

称取试样0.5 g(精确至0.000 2 g)于25 mL容量瓶中,加入5.0 mL内标溶液,加入适量丙酮,超声波振荡10 min,加入三氯甲烷10 mL,超声波振荡10 min,冷却至室温,用三氯甲烷定容,摇匀,离心,取上层清液备用。

1.3.4 测定

在上述操作条件下,待仪器基线稳定后,连续注入数针标样溶液,直至相邻2针烟嘧磺隆(或莠去津)与内标物峰面积比相对变化小于1.5%。按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。标样溶液和试样溶液气相色谱图分别见图1、图2。

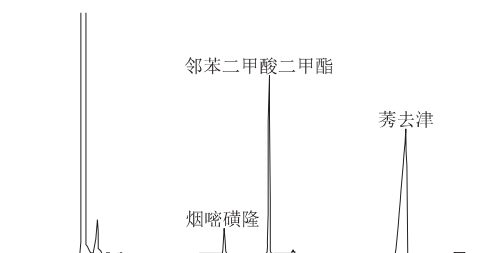


图1 标样气相色谱图

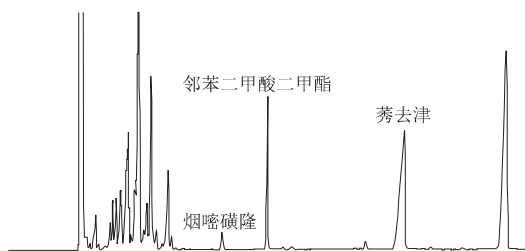


图2 23%烟嘧·莠去津可分散油悬浮剂气相色谱图

1.3.5 计算

将测得的2针试样溶液及试样溶液前后2针标样溶液中烟嘧磺隆(或莠去津)与内标物峰面积比分别进行平均。试样中烟嘧磺隆(或莠去津)的质量分数 $w(\%)$ 按下式计算。

$$w/\% = \frac{r_2 \times m_1 \times P}{r_1 \times m_2}$$

式中: r_1 —标样溶液中烟嘧磺隆(或莠去津)与内标物峰面积比的平均值; r_2 —试样溶液中烟嘧磺隆(或莠去津)与内标物峰面积比的平均值; m_1 —烟嘧磺隆(或莠去津)标准品的质量/g; m_2 —试样的质量/g; P —烟嘧磺隆(或莠去津)标准品的质量分数/%。

2 结果与讨论

2.1 色谱柱的选择

色谱柱的选择至关重要。考虑到所测制剂为复配剂,组成成分多,选用峰形尖锐的石英毛细管柱。采用程序升温法,分别以OV-101、SE-30、TR-5(30 m×0.32 mm,0.25 μm)柱进行试验。结果显示,TR-5柱分离效果较好。

2.2 内标物选择

内标物的选择基于本身性质稳定,且能与烟嘧磺隆、莠去津以及杂质较好分离。分别对邻苯二甲酸二甲酯、邻苯二甲酸二甲酯、正十六烷进行试验,确定邻苯二甲酸二甲酯为本试验内标物。

2.3 线性关系试验

称取不同质量烟嘧磺隆和莠去津标准品,加入相同量内标物,配制成不同质量比的标样溶液进行试验。以烟嘧磺隆或莠去津标准品与内标物质量比为横坐标,峰面积比为纵坐标,进行线性回归。烟嘧磺隆与莠去津线性方程分别为 $y=0.166 7 x-0.002 0$ 和 $y=0.560 5 x+0.003 0$,相关系数分别为0.999 1和0.999 6。试验结果表明,烟嘧磺隆、莠去津在所测质量比范围内具有良好的线性关系。

2.4 方法精密度试验

取同一批次试样,在同一气相色谱条件下进行试验,平行测定6次。结果见表1。烟嘧磺隆和莠去津标准偏差分别为0.043和0.143,变异系数分别为1.44%和0.71%。烟嘧磺隆、莠去津的标准偏差和变异系数小,方法精密度良好。

2.5 方法准确度试验

在已知质量分数的样品中,分别加入一定量的烟嘧磺隆、莠去津标准品,采用上述气相色谱条件

进行测定。烟嘧磺隆回收率为98.10%~102.09%、莠去津回收率为98.59%~102.12%，两者平均回收率

分别为100.28%和100.18%，见表2。该气相色谱测定法对烟嘧磺隆、莠去津的回收率较好，准确度较高。

表1 精密度试验结果

有效成分	质量分数/%						平均值	标准偏差	变异系数/%
	1	2	3	4	5	6			
烟嘧磺隆	2.93	3.01	3.04	2.95	2.98	3.02	2.99	0.043	1.44
莠去津	20.07	19.85	19.82	20.12	20.08	20.15	20.02	0.143	0.71

表2 准确度试验结果

序号	加入量/mg		测得量/mg		回收率/%	
	烟嘧磺隆	莠去津	烟嘧磺隆	莠去津	烟嘧磺隆	莠去津
1	10.51	12.76	10.31	13.03	98.10	102.12
2	21.02	25.52	21.46	25.88	102.09	101.41
3	31.53	38.28	31.91	37.74	101.21	98.59
4	42.04	51.04	42.21	50.68	100.40	99.29
5	52.55	63.80	52.34	63.48	99.60	99.50

3 结论

由以上试验结果可以看出：本文建立的气相色谱分析方法精密度好，回收率高，线性关系良好，具有简便、快速、准确，重现性好等特点，适用于生产

企业产品检测和质量监督部门质量监督。

参考文献

- [1] 王素娜, 高增贵, 孙艳秋, 等. 莠去津在沈阳地区土壤中的残留动态分析[J]. 现代农药, 2014, 13 (2): 40-43; 51.
- [2] 宋丽华, 谢红, 白殿奎. 烟嘧·莠去津油悬浮剂高效液相色谱分析[J]. 化学工程师, 2009, 162 (3): 29-30.
- [3] 向华军, 虞孝云, 陈九星, 等. 25%烟嘧磺隆·莠去津·麦草畏可分散油悬浮剂HPLC分析[J]. 精细化工中间体, 2015, 45 (6): 67-69.
- [4] 李二虎, 胡敏, 吴兵兵, 等. 气相色谱法测定玉米中莠去津和丁草胺农药残留[J]. 农药科学与管理, 2007, 28 (7): 12-14.

(责任编辑: 柏亚罗)

(上接第28页)

司)进行防治草莓白粉病的田间药效试验。试验地土质为砂壤土, 肥力中等, 地势平坦。试验共设6个处理(包括1个空白对照), 每个处理设4次重复, 共施药2次。根据草莓叶片危害症状程度分级。每个小区对角线5点取样, 每点调查相连5丛, 共25丛, 记录总株数、病株数和病级数。各药剂处理对草莓白粉病的防治效果见表5。

表5 20%四氟醚唑·醚菌酯SE对草莓白粉病防治效果

药剂	制剂用量/(g·hm ⁻²)	病指	防效/%
20%四氟醚唑·醚菌酯SE	300	2.23	78.05
20%四氟醚唑·醚菌酯SE	450	2.02	80.12
20%四氟醚唑·醚菌酯SE	600	1.86	81.69
12.5%四氟醚唑EW	450	3.76	62.99
50%醚菌酯WG	150	2.17	78.64
空白对照		10.16	

在试验用量下, 试验药剂未对草莓植株产生药害。试验结果表明: 在供试药剂3个用量下, 防效随着药剂用量增加而提高, 试验药剂450, 600 g/hm²处理的防效优于对照药剂12.5%四氟醚唑EW 450 g/hm²与50%醚菌酯WG 150 g/hm²单独使用的效果。

5 结论

本试验中20%四氟醚唑·醚菌酯SE配制工艺简单方便。所得制剂性能稳定、质量可靠, 具有良好的经时稳定性, 且对田间草莓白粉病防效良好。因此, 20%四氟醚唑·醚菌酯SE制备和使用适应现代化环境保护的要求, 具有较强的市场竞争力和较好的市场开发前景。

参考文献

- [1] 刘长令. 世界农药大全: 杀菌剂卷 [M]. 北京: 化学工业出版社, 2006: 187-189; 130-131.
- [2] 刘步林. 农药剂型加工技术 [M]. 北京: 化学工业出版社, 1998: 343-350.
- [3] 华乃震. 农药悬浮剂的开发和进展[J]. 现代农药, 2008, 7 (2): 12-16.
- [4] 王阳阳, 刘迎, 王昕, 等. 悬乳剂配方筛选工艺初步研究[J]. 农药, 2011, 50 (9): 643-645.
- [5] 郭志斌. 液体制剂 [M]. 北京: 化学工业出版社, 2003: 1-6.
- [6] 仲苏林, 曹新梅, 曹雄飞, 等. 30%苯醚甲环唑·丙环唑悬乳剂的研制[J]. 世界农药, 2009, 31 (6): 36-38.

(责任编辑: 顾林玲)