

20% 哒·水胺乳油的气相色谱分析

闫新华, 薛维家, 刘自友

(山东华阳科技股份有限公司, 山东 泰安 271411)

Determination of 20% Pyridaben and Isocarbophos in EC Mixture by Gas Chromatography

Yan Xinhua, Xue Weijia, Liu Ziyu (Shandong Huayang Technology Co. Ltd. Taian 271411)

Abstract: A quantitative analytical method for 20% pyridaben and isocarbophos EC by GC was introduced, using 5%XE-60/Chromosorb W/AW-DMCS(154~180 μ m)glass column and FID detector. The results showed that the standard deviation for pyridaben and isocarbophos were 0.0286 and 0.0550, the variation coefficients were 0.5575% and 0.3607%, the average recoveries were 99.69% and 99.63%, liner correlations were 0.9998 and 0.9997 respectively.

Keywords: pyridaben; isocarbophos; gas chromatography; analysis

摘要: 本文叙述了采用气相色谱法即以 5%XE-60/Chromosorb W/AW-DMCS(154~180 μ m)玻璃柱和氢火焰离子化检测分离测定 20% 哒·水胺乳油中的哒螨灵和水胺硫磷的含量。结果表明, 哒螨灵和水胺硫磷的标准偏差分别为 0.0286、0.0550; 变异系数分别为 0.5575%、0.3607%; 平均回收率分别为 99.69%、99.63%; 线性相关系数分别为 0.9998、0.9997。

关键词: 哒螨酮; 水胺硫磷; 气相色谱; 分析

中图分类号: S382.3; O657.7+1 文献标识码: A 文章编号: 1002-5480(2004)-03-0007-03

20% 哒·水胺乳油是由哒螨灵和水胺硫磷混配而成的杀虫、杀螨剂。哒螨灵和水胺硫磷单剂的分析方法均有报道, 但二者混配产品的分析方法未见报道。本文试验了采用气相色谱法在同一色谱柱上、相同的操作条件下对 20% 哒·水胺乳油中的哒螨灵和水胺硫磷进行分离测定的方法, 经过反复试验和对条件进行摸索选择, 达到了同柱子 1 次分析 2 个组分的目的。该方法稳定、快速, 操作简单, 分离完全, 结果重现性好, 是一种较实用的分析方法。

1 实验部分

1.1 仪器和试剂 日本岛津生产 14-C 型气相色谱仪, 具有氢火焰离子化检测器; 1000mm $\times$ 3.0mm(i.d) 不锈钢柱, 内填充 5%XE-60/Chromosorb W/AW DMCS(154~180 μ m) 固定相; 色谱工作站; 25 μ L 进样器; 丙酮(分析纯); 癸二酸二辛酯(内标物, 不含有干扰测定的杂质); 水胺硫磷标准品(已知含量 $\geq$ 98%); 哒螨灵标准品(已知含量 $\geq$ 98%)。

1.2 色谱条件 柱室温度 220 $^{\circ}$ C, 气化室温度 250 $^{\circ}$ C, 检测室温度 230 $^{\circ}$ C; 载气(N_2) 流量 25mL/min, 氢气流量 35 mL/min, 空气流量 350 mL/min; 进样量 1.0 μ L; 保留时间: 水胺硫磷 3.185min, 癸二

酸二辛酯 8.294min, 哒螨灵 12.092min。在上述色谱操作条件下, 20% 哒·水胺乳油典型气相色谱图见图 1。

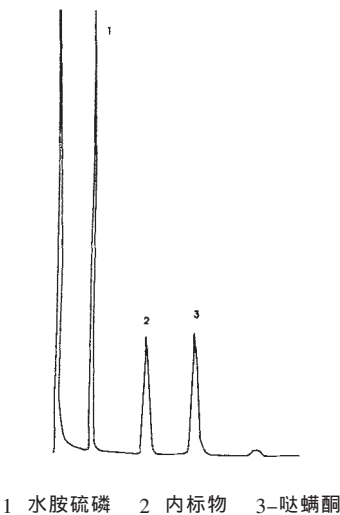


图 1 20% 哒·水胺乳油典型气相色谱图

1.3 操作步骤

- 1.3.1 内标溶液的配制 称取内标物癸二酸二辛酯 5.0g, 置于 1000mL 容量瓶中, 用丙酮溶解并稀释至刻度, 混合均匀。
- 1.3.2 标准溶液的配制 称取哒螨灵标准品 0.045g、水胺硫磷标准品 0.135g (均精确至 0.0002g) 置于— 25mL 容量瓶中, 用移液管准确加入 10mL 内标溶液, 使其全部溶解, 摇匀。
- 1.3.3 试样溶液的配制 称取 20% 哒·水胺乳油试样约 0.90g (准确至 0.0002g) 置于— 25mL 容量瓶中, 用移液管准确加入 10mL 内标溶液, 摇匀。
- 1.3.4 测定 在上述色谱条件下, 待仪器基线稳定后, 连续注入数针标准溶液, 计算各针相对响应值的重复性, 待相邻两针的相对响应值变化<

1.0%时, 按照标准溶液、试样溶液、试样溶液、标准溶液的顺序进样测定。

1.3.5 计算 将测得的两针试样溶液及试样溶液前后两针标样溶液中水胺硫磷和哒螨灵的峰面积值分别进行平均。试样中水胺硫磷(哒螨灵)质量百分数 X 按下式计算:

$$X=\frac{r_2\times m_1\times P}{r_1\times m_2}$$

- 式中:
- r₁—标样溶液中, 水胺硫磷(哒螨灵)与内标物峰面积比的平均值;
 - r₂—试样溶液中, 水胺硫磷(哒螨灵)与内标物峰面积比的平均值;
 - m₁—水胺硫磷(哒螨灵)标样的质量, g;
 - m₂—试样的质量, g;
 - P—标准品中水胺硫磷(哒螨灵)质量分数, %。

2 结果与讨论

- 2.1 内标物的选择 为了对该产品进行准确的定量测定, 需要选择一合适的内标物, 因此我们将多种常用的内标物进行了试验。结果表明, 在上述色谱条件下, 选用癸二酸二辛酯作内标物时, 其与各组分及杂质均能得到很好的分离, 并且出峰快, 分析时间短, 因此我们选用癸二酸二辛酯作为该产品分析的内标物。
- 2.2 精密度和准确度试验 用同一批样品, 分 6 次称量, 采用上述规定的气相色谱法进行测定。结果经统计, 该方法测定哒螨灵和水胺硫磷的标准偏差分别为 0.0286、0.0550, 变异系数分别为 0.5575%、0.3607%。表明该方法的精密度良好。
- 在已知含量的 20% 哒·水胺乳油试样中, 加入

表 1 20% 哒·水胺乳油精密度试验测定结果

组分	含量/%						平均值	标准偏差	变异系数
	1	2	3	4	5	6	/%		/%
哒螨灵	5.12	5.15	5.09	5.11	5.17	5.13	5.13	0.0286	0.5575
水胺硫磷	15.24	15.28	15.31	15.26	15.15	15.27	15.25	0.0550	0.3607

农药分析

表 2 20% 哒·水胺乳油准确度试验结果

编号	加入量 (折纯)(mg)	实测量 (折纯)(mg)	回收率 /%	平均回收 率/%
水胺硫磷	1 24.6	24.4	99.19	99.63
	2 21.9	21.8	99.54	
	3 18.4	18.5	100.54	
	4 26.5	26.2	98.87	
	5 30.7	30.8	100.33	
	6 28.1	27.9	99.29	
哒螨灵	1 14.5	14.4	99.31	99.69
	2 18.8	18.6	98.94	
	3 24.7	24.8	100.40	
	4 17.9	17.8	99.44	
	5 20.3	20.4	100.49	
	6 23.6	23.5	99.58	

不同量的哒螨灵和水胺硫磷标样，配成 6 个已知样，在相同的气相色谱操作条件下，定量分析、计算，测得哒螨灵和水胺硫磷的平均回收率分别为 99.69%、99.63%。

2.3 线性关系曲线的测定 称取哒螨灵标准品 0.4516g 和水胺硫磷标准品 1.3258g（均精确至 0.0002g）于同一 500mL 容量瓶中，用丙酮溶解并稀释至刻度。用移液管分别移取 1mL、3mL、5mL、7mL、9mL 于 5 个 25mL 容量瓶中，用移液管分别移取 10mL 内标溶液摇匀。在规定的色谱条件下分别进样测定。以哒螨灵和水胺硫磷与内标物的浓度比为横坐标，哒螨灵和水胺硫磷与内标物的峰面积比为纵坐标，绘制线性关系曲线。其线性方程分别为 $Y_{\text{哒螨灵}}=8.06+2594.63 X$ 、 $Y_{\text{水胺硫磷}}=15.76+3578.21X$ ，相关系数分别为 $r_{\text{哒螨灵}}=0.9998$ 、 $r_{\text{水胺硫磷}}=0.9997$ 。

3 结论

综上所述，用本方法检测 20% 哒·水胺乳油，具有快速、准确等优点，具重现性、稳定性、分离效果均能满足产品的检验要求，是一种较为理想的分析方法。

农业部农药检定所将组织开展
菊酯类农药在水稻上应用可行性研究

根据第七届全国农药登记评审委员会第一次全体会议的建议，2004 年 2 月 24 日，农业部农药检定所组织有关农药科研、生产、应用和管理等单位共 75 名代表，在南京召开了菊酯类农药在水稻上应用专题研讨会。与会专家和企业代表就菊酯类农药在水稻上应用的可行性进行了充分讨论。大家一致认为，尽管菊酯类农药在水稻上应用可能存在影响水生生物、带来水稻飞虱再猖獗与抗性风险等问题，但考虑到取代高毒农药的迫切性，并且国外已有某些菊酯类农药在稻田应用的实际情况，建议选择部分菊酯类农药开展限制性试验研究，为评价菊酯类农药在稻田应用的可行性提供科学依据。与会专家在充分听取企业代表意见的基础上，建议有关部门根据会议讨论结果，尽快组织开展相关工作，以适应我国禁止使用甲胺磷等五种高毒农药后农业生产的需要，确保粮食安全生产，促使我国农业的可持续发展。

根据专家和代表的意见，农业部农药检定所组织相关协作组，根据专家组意见制定实施方案，开展各项试验工作。

陈景芬(农业部农药检定所)

农
药
分
析