

# 乙烯利水剂离子色谱分析方法

李国平<sup>1</sup>, 于荣<sup>1</sup>, 税融<sup>2</sup>

(1.农业部农药检定所,北京 100125; 2.中国农业科学院植物保护研究所,北京 100193)

**摘要:**[目的]应用离子色谱法快速测定乙烯利水剂中乙烯利含量。[方法]选用IonPac AS11-HC阴离子分析柱,以氢氧化钾为淋洗液进行多步梯度淋洗,流速为1.0 mL/min,电导率检测器,纯水为溶剂。[结果]方法的线性相关系数为0.9998,标准偏差为0.19,变异系数为0.45%,样品加标平均回收率为99.71%。[结论]方法操作简单、快速、准确、安全,适用于大批水剂样品的定性和定量分析。

**关键词:**乙烯利;离子色谱;水剂

中图分类号:TQ450.7 文献标志码:A 文章编号:1006-0413(2011)08-0580-02

## Analytical Method for Ethephon by Ion Chromatography

LI Guo-ping<sup>1</sup>, YU Rong<sup>1</sup>, SHUI Rong<sup>2</sup>

(1.Institute for the Control of Agrochemicals, Ministry of Agriculture, Beijing 100125, China; 2.The Institute of Plant Protection, Chinese Academy of Agricultural Sciences, Beijing 100193, China)

**Abstract:** [Aims] An IC method for separation and quantitative analysis of ethephon 40% SL was developed. [Methods] The method was based on ICS separation under the condition of gradient eluent with KOH solution by using of the IonPac AS11-HC analytical column and conductivity detector. [Results] The result showed that the linear correlation coefficient was 0.9998, the standard deviation was 0.19, the variation coefficient was 0.45% and average recovery was 99.71%. [Conclusions] The method was simple, rapid, accurate, safe and suitable for the qualitative and quantitative analysis of amounts of SL sample.

**Key words:** ethephon; IC; AS

乙烯利(ethephon)是一种广谱植物生长调节剂,具有加速水果及蔬菜成熟、增进橡胶树乳汁分泌、促进棉花早熟等生物活性。国家标准中40%乙烯利水剂的分析方法是酸碱滴定容量法和重氮甲烷甲酯衍生化-气谱法<sup>[1]</sup>。本文采用离子色谱法<sup>[2]</sup>对乙烯利水剂进行定量分析。该方法准确度和精密度均能达到对制剂定量分析的要求,并且具有操作简便、快速、稳定和安全的优点。

### 1 实验部分

#### 1.1 试剂和溶液

超纯水:电阻率为18 MΩ·cm(25℃);乙烯利标样:由Riedel-de Haen实验室提供,已知含量为100%。

#### 1.2 仪器

DIONEX ICS-3000离子色谱仪(美国戴安公司),6.80 Chromeleon色谱工作站, IonPac AS11-HC分离柱250 mm × 4 mm(i.d.), IonPac AG11-HC保护柱50 mm × 4 mm(i.d.), ASRS 300 4 mm微膜抑制器,电导率检测器,AS 3000自动进样器,0.45 μm微孔滤膜。

#### 1.3 操作条件

淋洗液为氢氧化钾,采用多步梯度淋洗,0~5.0 min,淋

洗液浓度为15.0 mmol/L,5.0~12.0 min,淋洗液浓度由15.0 mmol/L线性升至33.0 mmol/L,12.1~15.0 min,淋洗液浓度为40.0 mmol/L,15.1~19.0 min,淋洗液浓度为15.0 mmol/L;自动再生电流75 mA;进样体积:25 μL(5.0 μL Full Loop);保留时间:乙烯利约9.9 min。典型的乙烯利标样和水剂样品的离子色谱图(见图1、2)。

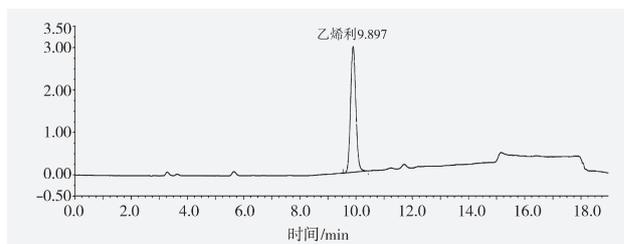


图1 乙烯利标样离子色谱图

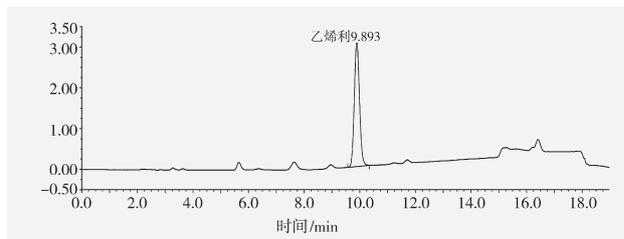


图2 乙烯利水剂离子色谱图

收稿日期:2011-05-13,修返日期:2011-06-21

作者简介:李国平。E-mail:liguoping@agri.gov.cn。

## 1.4 测定步骤

### 1.4.1 标样溶液的配制

称取乙烯利标样0.05 g(精确至0.00001 g),置于100 mL容量瓶中,用水溶解并稀释至刻度,摇匀后从中移取10 mL溶液至100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,0.45 μm微孔滤膜过滤。

### 1.4.2 试样溶液的配制

称取40%乙烯利水剂样品0.12 g的试样(精确至0.00001 g),置于100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀后从中准确移取10 mL溶液至100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,0.45 μm微孔滤膜过滤。

### 1.4.3 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针乙烯利响应值相对变化小于1.5%后,按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序测定。

### 1.4.4 计算

将测得的2针试样溶液及试样前后2针标样溶液中乙烯利面积分别进行平均。试样中乙烯利的质量分数 $\omega_1(\%)$ 按式(1)计算:

$$\omega_1 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot \omega}{A_1 \cdot m_2} \quad (1)$$

式中: $A_1$ 为标样溶液中乙烯利峰面积的平均值

$A_2$ 为试样溶液中乙烯利峰面积的平均值

$m_1$ 为标样的质量(g)

$m_2$ 为试样的质量(g)

$\omega$ 为标样中乙烯利的质量分数(%)

## 2 结果与讨论

### 2.1 淋洗液浓度的选择

在离子色谱中,一些常规阴离子往往会干扰目标化合物离子的出峰。为了确保样品中乙烯利能够得到较好的分离,对淋洗液浓度进行优化,采用了多步梯度淋洗。在本试验所用淋洗液浓度梯度下,常规阴离子混合标样( $F^-$ 、 $Cl^-$ 、 $ClO_2^-$ 、 $ClO_3^-$ 、 $Br^-$ 、 $BrO_3^-$ 、 $NO_2^-$ 、 $NO_3^-$ 、 $SO_4^{2-}$ 、 $PO_4^{3-}$ )离子色谱图见图3。结果表明上述阴离子不干扰乙烯利的测定。

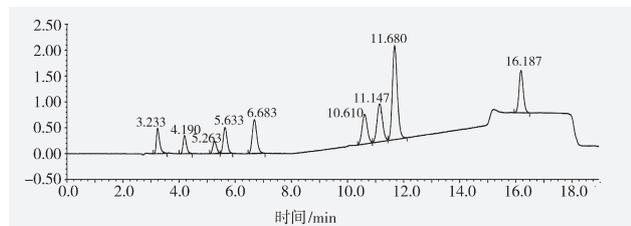


图3 常规阴离子混合标样离子色谱图

### 2.2 线性相关性试验

称取适量标样配制较高质量浓度的标样溶液,再将其

依次稀释,得到6个不同质量浓度的标样溶液(25~98 mg/L),在上述色谱操作条件下进行分析,每个质量浓度进针2次,取其平均值。以乙烯利质量浓度为横坐标,乙烯利峰面积为纵坐标绘制标准曲线,得线性方程为 $y=0.0112x-0.0130$ ,其线性相关系数为0.9998。

### 2.3 精密度试验

从同一样品中准确称取5个试样,在上述色谱操作条件下进行分析,测得乙烯利质量分数分别为41.94%、41.97%、42.23%、41.79%、42.22%,平均值为42.03%,标准偏差为0.19,变异系数为0.45%。

### 2.4 准确度试验

在已知含量的样品中,加入一定量的标样溶液,在上述色谱操作条件下进行分析,测得乙烯利的平均回收率为99.71%,结果见表1。

表1 分析方法的准确度试验结果

编号	理论值/mg	实测值/mg	回收率/%	平均回收率/%
1	1.13545	1.13530	99.99	99.71
2	1.04273	1.03775	99.52	
3	1.03441	1.02535	99.12	
4	1.15416	1.15680	100.23	
5	1.04261	1.04040	99.79	
6	1.04454	1.04050	99.61	

## 3 结论

实验结果表明本方法的准确度和精密度高,线性关系好,具有简便、快速、准确及分离效果好的优点,是一种可行的分析方法。

### 参考文献:

- [1] 全国农药标准化委员会. GB 23554—2009. 40%乙烯利水剂[S]. 北京: 中国标准出版社, 2009.
- [2] 颜金良, 王立. 离子色谱法快速测定瓜果中乙烯利含量研究[J]. 中国卫生检验杂志, 2008, 18(8): 1544-1545.

责任编辑: 李新

### 重要声明

《农药》编辑部向广大作者发表声明如下: 本刊已许可中国学术期刊(光盘版)电子杂志社在中国知网及其系列数据库产品中以数字化方式复制、汇编、发行、信息网络传播本刊全文。本刊稿酬与电子杂志社著作权使用费一并支付。编辑部的付酬(本刊稿酬+网上作者文章著作权使用费)标准为20~30元/千字, 不足千字的按千字计算。若著作权人向本编辑部投稿被采用的, 付酬标准遵从上述声明中明示的标准, 特此声明, 望广大作者周知。作者向本刊提交文章发表的行为即视为同意我社上述声明。

《农药》编辑部