

◆ 农药分析 ◆

25%噁酮·西草净乳油的气相色谱分析

辛延馨, 任福英, 王英杰, 高长义

(丹东市农药总厂, 辽宁丹东 118009)

摘要:采用气相色谱法对25%噁酮·西草净乳油进行定量分析。结果表明,噁草酮、西草净的线性相关系数分别为0.999 2、0.999 4,变异系数分别为0.18%、0.11%,平均回收率分别为99.79%、99.78%。该气相色谱分析方法简便、快捷,准确度、精确度良好。

关键词:噁草酮;西草净;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.1671-5284.2019.02.008

Analysis of Oxadiazon+Simetryn 25% EC by GC

Xin Yan-xin, Ren Fu-ying, Wang Ying-jie, Gao Chang-yi

(Dandong Pesticide General Factory, Liaoning Dandong 118009, China)

Abstract: A quantitative analysis method of oxadiazon + simetryn 25% EC was established by GC with hydrogen flame ionization detector. The results showed that the correlation coefficients of oxadiazon and simetryn were 0.999 2 and 0.999 4, the coefficients of variation were 0.18% and 0.11%, the average recoveries were 99.79% and 99.78%. The described method was simple, quick, and had high accuracy and precision.

Key words: oxadiazon; simetryn; GC; analysis

噁草酮为噁二唑类除草剂,具有选择性,用于防治禾本科杂草和阔叶杂草。应用作物不仅包括水稻,还包括大豆、花生、棉花、甘蔗等旱田作物^[1]。

西草净是瑞士汽巴-嘉基(现先正达)公司发现的三嗪类除草剂,常用于水稻田防除稗草、牛毛草、眼子菜、泽泻、野慈姑、母草、小慈姑等杂草,亦可用于玉米、大豆、小麦、花生、棉花等作物田除草^[1]。

25%噁酮·西草净乳油是新推出的水稻移栽田除草剂,杀草谱广,持效期长,施用方法灵活。本文建立气相色谱法对25%噁酮·西草净乳油进行定量分析。该方法操作简便、快速、准确,分离效果好,可作为企业生产过程中质量控制和质检机构检测的参考方法。

1 实验部分

1.1 试剂和仪器

二硫化碳(分析纯) 内标物:三苯甲烷,不含有

干扰分析的杂质;噁草酮标样($\geq 99.0\%$)、西草净标样($\geq 99.0\%$)、25%噁酮·西草净乳油(12%噁草酮+13%西草净),辽宁省丹东市农药总厂。内标溶液:称取三苯甲烷0.8 g(精确至0.000 2 g)于100 mL容量瓶中,加入适量二硫化碳溶解并稀释至刻度,摇匀,低温保存。

气相色谱仪,具有氢火焰离子化检测器,带色谱工作站;不锈钢色谱柱(1 000 mm $\times$ 3 mm),内填充有5% SE-30的101白色硅烷化担体(177~250 μ m) 微量进样器:10 μ L。

1.2 气相色谱操作条件^[2-3]

温度:柱室200℃、气化室245℃、检测室250℃;气体流速:载气(N₂) 40 mL/min、氢气40 mL/min、空气300 mL/min 进样体积:1 μ L。在此条件下,内标物保留时间约为10 min,噁草酮保留时间约为20 min,西草净保留时间约为8 min。噁草酮、西草净标样气相色谱图见图1,试样气相色谱图见图2。

收稿日期:2018-09-03

作者简介:辛延馨(1978—),女,辽宁省丹东市人,助理工程师,主要从事农药分析和研究工作。E-mail: 416737318@qq.com

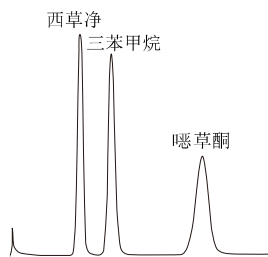


图1 噁草酮、西草净标样气相色谱图

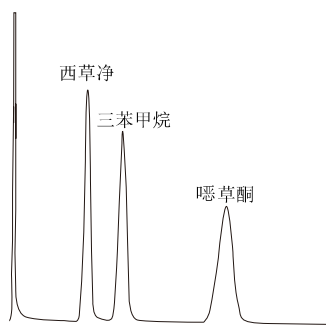


图2 25%噁草酮·西草净乳油气相色谱图

1.3 标样和试样溶液的配制

标样溶液的配制 称取噁草酮标样0.07 g、西草净标样0.07 g (精确至0.000 2 g), 置于具塞玻璃瓶中, 用移液管加入5 mL内标溶液, 充分摇匀。

试样溶液的配制 称取试样0.6 g (精确至0.000 2 g), 置于具塞玻璃瓶中, 用移液管加入5 mL内标溶液, 充分摇匀。

1.4 测定及计算

在上述色谱操作条件下, 仪器基线稳定后, 连续注入数针标样溶液, 至相邻2针中噁草酮(或西草净)响应值变化小于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。

将试样溶液以及标样溶液中各有效成分与内标物峰面积之比进行平均, 然后根据下式计算试样中噁草酮(或西草净)质量分数 w (%)。

$$w = \frac{r_2 \times m_1 \times P}{r_1 \times m_2} \times 100$$

式中: r_1 、 r_2 分别为标样溶液、试样溶液中, 噁草酮(或西草净)与内标物峰面积比的平均值; m_1 、 m_2 分别为标样、试样的质量, g; P 为标样中噁草酮(或西草净)的质量分数, %。

2 结果与讨论

2.1 方法的线性关系测定

在一定的质量范围内, 称取数个不同质量的样品, 分别溶于相同体积的溶剂中, 按本文实验方法进行分析, 以噁草酮(或西草净)与内标物的峰面积比和质量比进行线性回归, 绘制标准曲线, 见图3、图4。

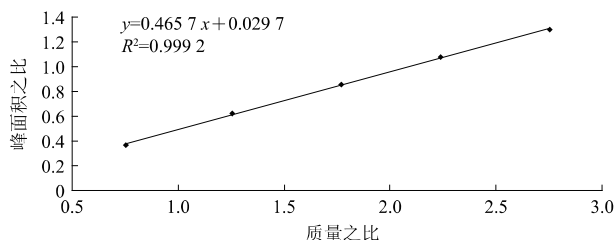


图3 噁草酮线性关系图

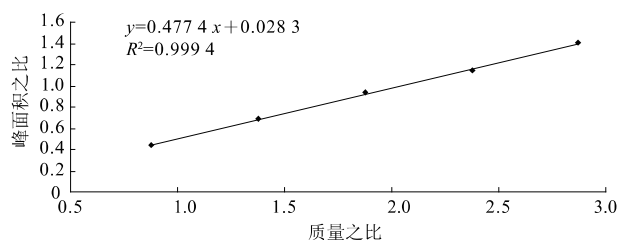


图4 西草净线性关系图

噁草酮线性回归方程为 $y = 0.465 7x + 0.029 7$, 相关系数为0.999 2; 西草净线性回归方程为 $y = 0.477 4x + 0.028 3$, 相关系数为0.999 4。噁草酮(或西草净)与内标物峰面积之比与两者质量之比具有良好的线性相关性。

2.2 精密度的测定

在相同色谱条件下, 对同一试样进行6次平行测定, 计算标准偏差和变异系数。结果表明: 噁草酮的标准偏差为0.023, 变异系数为0.18%; 西草净的标准偏差为0.015, 变异系数为0.11% (见表1)。

表1 精密度实验结果

有效成分	序号	质量分数/%	平均值/%	标准偏差	变异系数/%
噁草酮	1	12.53	12.52	0.023	0.18
	2	12.51			
	3	12.52			
	4	12.50			
	5	12.50			
	6	12.56			
西草净	1	13.18	13.19	0.015	0.11
	2	13.20			
	3	13.21			
	4	13.19			
	5	13.20			
	6	13.17			

2.3 回收率的测定

按照配方比例要求, 将除原药以外的所有助剂混匀, 作为空白样品。向空白样品中添加98%噁草酮、98%西草净原药, 进行回收测定, 结果见表2。

由表2可知, 噁草酮的回收率为99.01%~101.18%, (下转第31页)

2.4 分析方法的系统重复性试验

在上述色谱条件下,对4 mg/L莠去津样溶液平行测定7次。计算得到方法的相对标准偏差(RSD)为0.68%,表明试验方法系统重复性较好。

2.5 分析方法的准确度试验

方法准确度以添加回收率(%)表示,设2个水平添加浓度,每浓度5次重复。方法添加回收率试验结果见表2。结果表明在0.5、5.0 mg/kg等2个添加水平下,莠去津在5种不同土壤中的添加回收率为92.2%~109.0%,相对标准偏差为0.04%~3.79%,方法具有良好的准确度。

表2 莠去津在5种土壤中的添加回收率及相对标准偏差(n=5)

试验地点	0.5 mg/kg		5.0 mg/kg	
	平均回收率/%	相对标准偏差/%	平均回收率/%	相对标准偏差/%
吉林蛟河	96.0	0.84	97.4	1.00
陕西汉中	94.1	2.19	92.2	1.00
浙江绍兴	109.0	2.01	98.1	0.04
湖南耒阳	107.2	3.49	96.8	0.62
上海	107.9	3.79	98.3	0.84

3 结论

本研究采用高效液相色谱法,以乙腈+水(体积比70:30)为流动相,使用Eclipse XDB-C₁₈液相色谱柱和DAD检测器对土壤吸附/解吸试验中莠去津进行分离和定量分析。试验结果表明,本分析方法分离效果好,且系统重复性、准确度良好,保留时间短,操作简便快速,适用于土壤吸附/解吸试验中莠去津的分析测定。

(上接第28页)

西草净的回收率为99.55%~100.14%。方法的回收率符合回收率98%~102%的要求。因此,该分析方法准确度良好,可以满足准确分析试样中有效成分

表2 准确度实验结果

有效成分	序号	理论量/mg	实测量/mg	回收率/%	平均回收率/%
噁草酮	1	70.013 8	69.808 8	99.71	99.79
	2	69.125 2	69.943 7	101.18	
	3	70.235 2	70.009 6	99.68	
	4	70.824 3	70.123 7	99.01	
	5	70.921 6	70.321 3	99.15	
西草净	1	72.130 5	71.929 8	99.72	99.78
	2	75.435 0	75.284 4	99.80	
	3	74.127 9	74.228 3	100.14	
	4	75.130 6	74.900 3	99.69	
	5	73.131 0	72.801 5	99.55	

参考文献

- [1] 柏亚罗,石凌波.三嗪类除草剂的全球市场及发展前景[J].现代农药,2018,17(3):1-8;21.
- [2] Fan X, Song F. Bioremediation of Atrazine: Recent Advances and Promises[J]. Journal of Soils and Sediments, 2014, 14(10): 1727-1737.
- [3] 杨德玉,李小明,戴速航,等.一株耐盐性莠去津高效降解菌 *Halomonas* sp. SY-AD-9 的分离、鉴定及其特性[J].农药,2015,54(1):34-38.
- [4] 严秋旭,赵平,李新,等.莠去津发展动向与应对策略[J].农药,2015,54(12):933-936.
- [5] 胡江,代先祝,李顺鹏.两株降解菌对阿特拉津污染土壤的修复效果研究[J].土壤学报,2005,42(2):323-327.
- [6] Hayes T B, Collins A, Lee M, et al. Hermaphroditic, Demasculinized Frogs After Exposure to the Herbicide Atrazine at Low Ecologically Relevant Doses[J]. Proceedings of the National Academy of Sciences, 2002, 99(8): 5476-5480.
- [7] Hayes T B, Khoury V, Narayan A, et al. Atrazine Induces Complete Feminization and Chemical Castration in Male African Clawed Frogs (*Xenopus laevis*) [J]. Proceedings of the National Academy of Sciences, 2010, 107(10): 4612-4617.
- [8] Jowa L, Howd R. Should Atrazine and Related Chlorotriazines Be Considered Carcinogenic for Human Health Risk Assessment? [J]. Journal of Environmental Science and Health: Part C, 2011, 29(2): 91-144.
- [9] 许人骥,邢小茹,叶新强,等.阿特拉津暴露对女性生殖健康影响研究[J].安全与环境学报,2011,11(5):19-22.
- [10] 蒋煜峰,慕仲锋, Uwamungu J Y, 等.我国西北黄土对阿特拉津的吸附行为及影响因素[J].环境科学研究,2016,29(4):547-552.
- [11] 许人骥,吴国平,胡伟,等.环境样品阿特拉津及降解产物分析方法进展[J].中国环境监测,2007,23(3):32-36.

(责任编辑:陈晨)

的要求。

3 结论

利用气相色谱,采取内标定量法对25%噁酮·西草净乳油中有效成分进行测定。方法具有准确、快速、易操作等特点,能对产品质量进行有效控制。

参考文献

- [1] 化工部农药信息总站.国外农药品种手册(新版合订本)[M].沈阳:化工部农药信息总站,1996.
- [2] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局. GB 22178—2008 噁草酮乳油[S].北京:中国标准出版社,2008.
- [3] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局. GB 22173—2008 噁草酮原药[S].北京:中国标准出版社,2008.

(责任编辑:石凌波)