

文章编号: 1003-8701(2000)05-0043-03

# 百·甲混剂的气相色谱分析

王义生, 才秀华, 郑建波

(吉林省农业科学院植保所, 吉林 公主岭 136100)

**摘要:**采用气相色谱法,以邻苯二甲酸二丁酯为内标物,在SE-30毛细石英玻璃柱上进行分离测定。方法的标准偏差0.49,0.42。该方法对两种有效成分测定的变异系数分别为0.46%和0.53%,回收率分别为98.96%~100.25%和99.23%~100.18%。

**关键词:**百菌清;甲霜灵;混剂;气相色谱

**中图分类号:**TQ 450.7;O 657.71

**文献标识码:**A

百菌清、甲霜灵的混剂扩大了杀菌谱,其各单剂的分析方法已见报告,我们采用气相色谱法,对一次性定量地测出百菌清、甲霜灵混剂的分析方法进行了研究。

## 1 仪器及试剂

仪器:GC-14A型气相色谱仪,FID检测器和C-R7A数据处理仪。

试剂:百菌清标准品(纯度 $\geq 99.0\%$ ),甲霜灵标准品(纯度 $\geq 99.0\%$ ),邻苯二甲酸二丁酯(分析纯),乙酸乙酯(分析纯),丙酮(分析纯),色谱柱(SE-30毛细石英玻璃柱,内膜0.25  $\mu\text{m}$ )。

## 2 色谱分析条件

载气 $\text{N}_2$ 流速30 mL/min,空气流速500 mL/min,氢气( $\text{H}_2$ )流速50 mL/min,气化室温度250 $^\circ\text{C}$ ,色谱柱温度205 $^\circ\text{C}$ ,检测室温度250 $^\circ\text{C}$ ,进样量0.41  $\mu\text{L}$ ,数据处理机衰减4,记录纸速3 mm/min。

在上述操作条件下,百菌清的保留时间为4.62 min,甲霜灵为5.79 min,邻苯二甲酸二丁酯为6.38 min。

## 3 操作步骤

内标溶液的配制:称取约3.75 g(准确到0.1 mg)的邻苯二甲酸二丁酯于1 000 mL容量瓶中,用丙酮溶解并定容,摇匀,备用。

标准溶液的配制:称取百菌清标准样品0.20 g(准确至0.1 mg),甲霜灵标准品0.06 g(准确至0.1 mg)于10 mL容量瓶中,用内标液溶解并定容,摇匀,备用。

试样溶液的配制:称取百·甲可湿性粉剂1.25 g于离心管中,加入10 mL内标液,加塞后剧烈振动3 min后离心5 min,取上清液备用。

收稿日期:2000-03-20

作者简介:王义生(1973-),男,吉林省公主岭市人,吉林省农科院植保所助理研究员,从事农药分析方法研究。

测定:在上述色谱条件下,待仪器稳定后,注入数针标准溶液,当前后二次进样,其有效成分与内标物峰面积之比小于 1.0% 时,即可按下列顺序进样测定,即标样、样品、样品、标样。所得色谱图如图 1。

计算:用两针重复所得的数据平均后计算结果,混剂中百菌清(或甲霜灵)的百分含量(x)按下式计算:

$$x = \frac{R_2 \cdot m_1 \cdot P}{R_1 \cdot m_2} \times 100 \quad (1)$$

式中  $R_1$  为标样中百菌清(或甲霜灵)与内标物的峰面积比值,  $R_2$  为样品中百菌清(或甲霜灵)与内标物的峰面积比值,  $m_1$  为标样中百菌清(或甲霜灵)的质量,  $m_2$  为样品质量,  $P$  为标样品纯度。

## 4 结果与讨论

### 4.1 色谱柱的筛选

根据各单剂的分析方法,我们选用了 OV-17、OV-101、SE-30 型填充柱和 SE-30 型石英玻璃毛细管柱,进行对比试验。试验结果表明,SE-30 型毛细石英玻璃柱分离时间短且分离效果好。

### 4.2 线性关系的测定

称取几个质量递增的标准品,各加入 2 mL 内标溶液,在所选色谱条件下分别进行分析测定,以质量为横坐标,以峰面积比为纵坐标,绘于图中,各得到一条通过原点的直线(图 2)。

由图 2 可知,质量与其相应的峰面积比呈良好的线性关系。

### 4.3 方法的精密度

准确称取同一个样品 10 份,平行测定其含量,百菌清标准偏差为 0.49,变异系数为 0.46%;甲霜灵标准偏差为 0.42,变异系数为 0.53%。

### 4.4 方法的准确度(回收率的测定)

准确称取 1.0 g 样品 10 份,分别准确配加不同质量的标准品,按样品的操作程序测其含量,回收率计算公式为:

$$x = \frac{P_x}{P_s} \times 100\% \quad (2)$$

式中  $P_x$  为配加不同质量标准品后测得的样品含量,  $P_s$  为配加不同质量标准品后样品的理论



4 为百菌清 6 为甲霜灵 7 为内标物

图 1 百·甲混剂气相色谱图

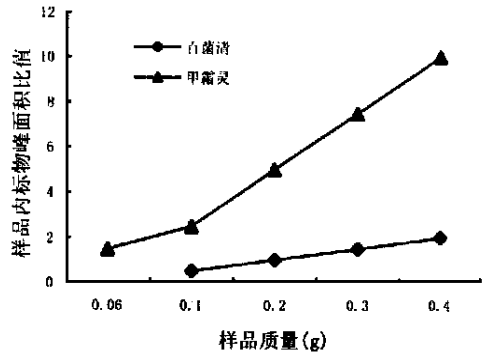


图 2 百·甲混剂线性关系图

含量。

测得百菌清的回收率为 98.96%~100.25%，甲霜灵的回收率为 99.23%~100.18%。

综上所述,本方法线性范围广,有较高的精密度和准确度,方法简单、快速,适用于生产监测控制。

#### 参考文献:

[1] 仲苏林,等·百菌清的气相色谱分析[J]·农药,1997,36(11):26—28.

## Analysis of the Mixture of Chorothalonil and Metalaxyl by GC

WANG Yi-sheng, et al.

(The Plant Protection Institute, Jilin Academy of Agricultural Sciences, Gongzhuling 136100, China)

**Abstract:** A method was analysed by GC on SE-30 Capillary column. Di-n-butyl phthalase was used as the internal standard. The standard deviation, coefficient of variation and recovery were 0.49, 0.42, 0.46%, 0.53%, 99.46%~100.25%, 99.23%~100.18%.

**Key words:** Chorothalonil; Metalaxyl; Mixture; GC

### 欢迎订阅 2001 年下列期刊

请到当地邮局订阅,漏订者可与编辑部联系

刊名	刊期	每期定价(元)	全年定价(元)	邮发代号	地址·邮编·电话
中国农村科技	月刊	2.00	24.00	82—653	北京海淀区白石桥路 30 号 100081, (010)68977338
西北农林科技大学学报	双月刊	8.00	48.00	52—82	陕西杨陵西北农林科技大学 712100, (029)7092511
中国种业	双月刊	3.00	18.00	82—132	北京市白石桥路 30 号 100081, (010)62186657
种子	双月刊	7.00	42.00	66—22	贵阳市延安中路 62 号 550001, (0851)5824402
科技致富向导	月刊	2.80	33.60	24—75	济南市杆南东街 8 号 250001, (0531)2058932
中国稻米	双月刊	5.00	30.00	32—31	杭州市体育场 359 号 310006, (0571)3371711—2271
农业科技与信息	月刊	2.50	30.00	54—60	兰州市秦安路 1 号 730030
中国生物防治	季刊	5.00	20.00	2—507	北京市白石桥路 30 号 100081, (010)68919587
作物杂志	双月刊	3.00	18.00	82—220	北京市白石桥路 30 号 100081, (010)68918656
农业科技通讯	月刊	4.00	48.00	2—602	北京市白石桥路 30 号 100081, (010)68919914
农村科学实验	月刊	4.00	48.00	12—10	长春市民康路 14 号 130041, (0431)8973243
淡水渔业	双月刊	5.00	30.00	38—32	湖北省荆州市江汉北路 434000 (0716)8212277—3017
土壤肥料	双月刊	3.00	18.00	2—559	北京市白石桥路 30 号 100081, (010)68918656
中国西瓜甜瓜	季刊	3.00	12.00	36—143	郑州航海东路 450009