

单柱气相色谱分析多种农药制剂

I. 十六种杀虫剂的分离测定

林润国

(广西化工研究所, 南宁, 530001)

用气相色谱作多种农药残留物同时分析的资料很多, 但用同一色谱柱测定多种农药制剂的报道却很少。我国农药标准中用气相色谱测定含量的已有二十多种, 但用的色谱柱各不相同。这对农药厂也许问题不大, 但各级农药质监机构要分

析的农药品种很多, 经常更换色谱柱很易损坏仪器, 工作效率也低。复合农药的出现, 更需要建立多种农药制剂的同柱分析体系。笔者在这方面作了初步实验探讨。本文介绍十六种杀虫剂的单柱分离测定。

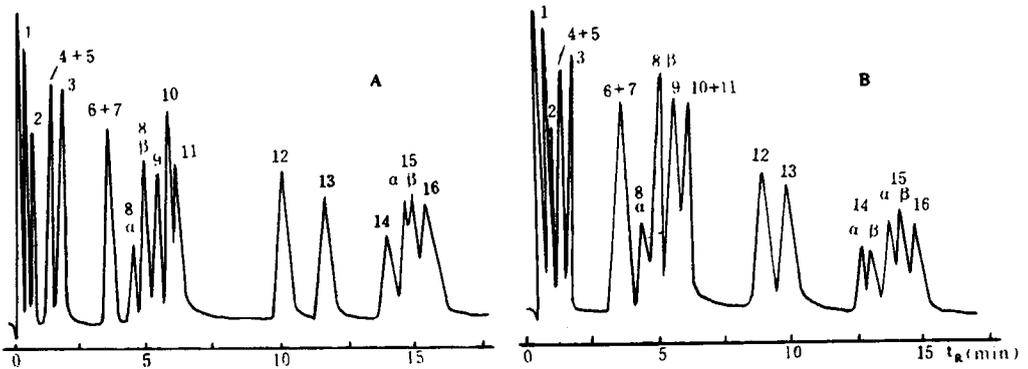


图 1 十六种农药的程序升温气相色谱图 (各农药名称参见表 1)

A. 柱 A, 140 °C(1 min)以 10 °C / min 升至 260°C(5min); B. 柱 B, 140 °C(1 min)以 10 °C / min 升至 240°C(5min).

实 验 部 分

(一) 仪器 3400 型气相色谱仪, 氢焰检测器。

(二) 色谱柱及操作条件 1m × Φ3mm 不锈钢柱。A. 5% SE-30 (或 OV-101) / Chromosorb G AW DMCS (60-80 目); B. 1.5% OV-17+2% QF-1 / Chromosorb W AW DMCS (80-100 目)。柱温: 140-280 °C 内恒温或程序升温; 汽化检测: 200-300°C 内选择; 载

气氢气流量 30-40, 补充气氮气流量 35 ml / min, 空气流量 400ml / min, 进样量 1.0μl。

(三) 标准溶液 各农药标样选取适宜溶剂及内标物, 配成含内标 4.0mg / ml、含农药 2.5, 5.0, 10 及 20mg / ml 的标准溶液系列。

(四) 样品测定 农药制剂用溶剂稀释或萃取定容等方法配成含内标 4.0mg / ml 的样品溶液, 色谱分析后用内标工作曲线法或单点校正法定量。

结果与讨论

笔者试验了 SE-30、OV-101、OV-17、QF-1 及一些 PEG 类及聚酯类固定相,发现多数试验农药在极性固定相 (PEG 及聚酯类) 上响应值不高、峰形也较差,而且极性固定相不适于高沸点农药分析。而非极性的 SE-30 或 OV-101 较适于用作分析多种农药的通用固定相。用于有机氯农药残留分析的 OV-17 及 QF-1 混合固定相

用于制剂分析效果也很好。图 1 给出了有关色谱图。为防止热稳定性差的农药在色谱分析过程中受热分解,宜用柱长 1m 以下的细管径柱及硅烷化担体,并最好用氢作载气,这样可在较低柱温下实现农药的快速分析,尽管本实验没有用玻璃柱,也没有观察到农药分解现象。表 1 给出了各农药的恒温测定条件。本法既能用于单一制剂,也可用于复合农药,还能用于假劣农药定性定量,取得了一柱多用的良好效果。

表 1

试验农药用柱 A 的测定条件及内标工作曲线的回归方程

编号	农药名称	柱温(°C)	内 标 物	内标工作曲线的回归方程	相关系数
1	敌敌畏	120	癸 醇	$F = 0.1184C - 0.09012$	0.9990
2	甲胺磷	160	十二醇	$F = 0.1099C - 0.1029$	0.9902
3	巴 沙	180	十二醇	$F = 0.6380C - 0.5137$	0.9997
4	敌百虫	170	十六烷	$F = 0.03557C - 0.02376$	0.9987
5	叶蝉散	180	癸 醇	$F = 0.4805C - 0.1187$	1.0001
6	呋喃丹	210	邻苯二甲酸二丁酯	$F = 0.3238C - 0.2723$	0.9966
7	乐 果	220	邻苯二甲酸二丁酯	$F = 0.09152C - 0.01926$	0.9996
8	磷 胺	210	邻苯二甲酸二丁酯	$F = 0.6594C + 0.08691$	0.9997
9	甲基对硫磷	220	十六烷	$F = 0.1595C + 0.03463$	1.0000
10	马拉硫磷	210	十六醇	$F = 0.1220C + 0.1888$	0.9644
11	水胺硫磷	220	十六醇	$F = 0.2382C - 0.08684$	0.9995
12	克螨特	260	邻苯二甲酸二辛酯	$F = 0.4389C - 0.1098$	0.9988
13	灭蚁灵	260	邻苯二甲酸二辛酯	$F = 0.2402C - 0.1164$	0.9861
14	氯氟菊酯	280	邻苯二甲酸二辛酯	$F = 0.3558C + 0.01047$	1.0060
15	氰戊菊酯	280	邻苯二甲酸二辛酯	$F = 0.6301C - 0.2347$	0.9992
16	溴氟菊酯	280	邻苯二甲酸二辛酯	$F = 0.2304C - 0.07933$	0.9999

注:表中 F 为农药峰面积与内标峰面积的比值, C 为农药含量 (mg/ml)。

参 考 文 献

- (1) G.Zweig, "Analytical Methods for Pesticides and Plant Growth Regulators, Vol. VI., Gas Chromatographic Analysis", Academic Press, New York and London, P.107—267, 1972.
- (2) 村野敦原著,王喆成译,农药工业, (1), 48 (1974).
- (3) 肖兆如等,农药工业, (5), 28 (1979).

(收稿日期: 1989年6月26日)

Study on the Analysis of Multi-Pesticides Formulations with Single Column by Gas Chromatography I. Separation and Determination of Sixteen Insecticides

Lin Runguo, Guangxi Institute of Chemical Industry, Nanning 530001.

This paper describes a method of the analysis of multi-pesticides formulations in single packed-column by gas chromatography. This procedure was performed with 5% SE-30 or 1.5%

OV-17 + 2% QF-1 stationary phase column, hydrogen carrier gas and flame ionization

detector. It was successfully applied for the determination of sixteen insecticides.

高效液相色谱测定柑桔果汁中柚皮苷

陈朝明

(中国科学院长沙农业现代化研究所, 410125)

柚皮苷 (Naringin) 是柑桔主要苦味物质之一, 其学名为柚皮素-7-β-D-葡萄糖 (2→1)-α-L-鼠李糖苷。已报道了多种测定柚皮苷的方法⁽¹⁻⁴⁾。本文报道了用反相高效液相色谱法测定(紫外检测)柚皮苷含量。

(n = 12)。相关达显著性 (P < 0.001), 线性关系良好。

表柚皮苷峰在 283nm 和 220nm 检测时的比值

不同 波长比值	样品		
	标 样	橙 汁	加标样的橙汁
A283 / A220	0.5060	0.5040	0.5065
H283 / H220	0.5245	0.5250	0.5240

实 验 部 分

(一) 仪器及试剂 岛津 LC-4A 高效液相色谱仪, C-R2A(X)数据处理机。柚皮苷标样为日本东京化成株式会社产品, 所用试剂均系分析纯。

(二) 色谱条件 色谱柱 Zorbax ODS 4.6mm × 25cm。选用乙腈: 水 (20: 80) 为流动相, 流量 1ml / min, 柱温 35℃; 紫外检测波长 283nm; 外标法定量。

(三) 样品测定 果汁先经初滤 (或离心), 再经 0.45μ 滤膜过滤后, 直接进样。

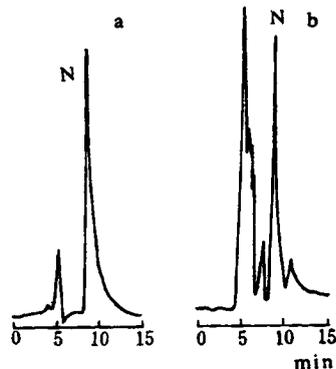


图 1 柚皮苷色谱分离图

a. 柚皮苷标样, b. 酸橙汁, N 柚皮苷

实 验 结 果

(一) 色谱分离和定性 柚皮苷的色谱分离结果见图 1。采用保留值法、叠峰法进行定性。并对两种不同检测波长 (220、283nm) 下, 标样、样品及加入标样的样品的峰面积比 (A283 / A220) 和峰高比 (H283 / H220) 进行了比较, 其值几乎相同 (表 1)。由此确定样品中的柚皮苷峰。

表 2 柑桔汁中柚皮苷的回收率

样 品	平均回收率 ± 标准差	变异系数 %	样品数
酸 橙 汁	98.5% ± 1.23	0.579	5
脱苦酸橙汁	104.2 ± 1.156	1.109	5
温州蜜柑汁	97.8 ± 3.01	3.08	5

(二) 方法的定量线性关系 柚皮苷含量在 0-10.0μg 时, 其含量和峰面积的回归方程为 Y = 355108X - 3244, γ = 0.9998 (n = 12); 含量和峰高的回归方程为 Y = 4791X + 464, γ = 0.9994

(三) 方法的回收率和精密度 用峰面积定量法对三种柑桔果汁进行添加回收试验, 结果见