

农药分析

气相色谱法测定噻唑磷的含量

刘秀明¹, 刘玉法¹, 刘自友², 李向阳³

(1. 山东师范大学 化学化工与材料科学学院, 济南 250014; 2. 山东华阳科技股份有限公司, 山东 泰安 271411;
3. 山东省农药检定所, 济南 250100)

摘要:建立了气相色谱法测定噻唑磷含量的方法, 色谱柱为HP-5, FPD检测器, 进样口和汽化室温度250 °C, 程序升温, 不分流进样。对照品的进样量在5.98~53.82 mg/L时, 峰面积与进样量呈良好的线性关系, 线性相关系数为0.9997, 噻唑磷的回收率在97.85%~101.85%之间, 相对标准偏差为2.19%。

关键词:气相色谱法; 噻唑磷; 杀虫剂

中图分类号:TQ450.7 文献标志码:A 文章编号:1006-0413(2009)11-0814-02

Determination of Fosthiazate by GC

LIU Xiu-ming¹, LIU Yu-fa¹, LIU Zi-you², LI Xiang-yang³

(1. School of Chemical Engineering, Shandong Normal University, Jinan 250014, China; 2. Shandong Huayang Pesticide Group Chemical Industry Co., Ltd., Tai'an 271411, Shandong, China;
3. Shandong Institute for the Control of Agrochemicals, Jinan 250100, China)

Abstract: A method was developed for determining the content of fosthiazate using GC. The sample was separated on HP-5 column with FPD detector. The temperature of injector and vaporization chamber were 250 °C with temperature programming and splitless sampling. The calibration curve of fosthiazate was linear over the range of 5.98–53.82 mg/L. The linear correlation was 0.9997, the recoveries were from 97.85 to 101.85% and the relative standard deviations was 2.19%.

Key words: GC; fosthiazate; insecticide

噻唑磷(fosthiazate)是日本石原公司开发的新颖、高效、广谱型的非熏蒸型有机磷杀线虫剂, 化学名称为(R,S)-S-仲丁基-0-乙基-2-氧代-1,3-噻唑烷-3-基硫代膦酸酯。植物寄生线虫危害许多重要作物, 噻唑磷持效期可达2~3个月, 施用效果不受土壤条件影响, 而且其生物和理化性质又非常适合土表施药, 所以成为防治植物寄生线虫的理想药剂。目前国内广泛用于防治线虫的农药品种大多数是剧毒或高毒药剂, 如呋喃丹、涕灭威、丙线磷、克线磷等, 噻唑磷是高毒杀线虫剂的较为理想的替代品。目前有几篇噻唑磷合成的文献^[1-5], 但关于其含量测定方法的报道很少^[6]。随着我国噻唑磷的应用面积的扩大, 探索一条快速、准确测定噻唑磷的方法是非常必要的。

1 仪器与药剂

Agilent Technologies 6890N Network GC System, 色谱柱为HP-5; FPD检测器。噻唑磷对照品(自制, 经NMR和IR等确定化学结构, HPLC归一化确定含量为99.30%), 噻唑磷样品(山东华阳农药集团公司), 正己烷为分析纯, 其他试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱为HP-5(30 m×0.25 mm, 0.25 μm), 进样口和汽化室温度为250 °C。程序升温: 80 °C保持1 min, 20 °C/min升至300 °C, 保持3 min, 不分流进样。载气(高纯氮)4 mL/min, 氢气35 mL/min, 空气300 mL/min, 进样量1.0 μL。

精密称取噻唑磷对照品29.90 mg, 置于50 mL容量瓶中, 用正己烷溶解并稀释至刻度, 摆匀, 制得0.598 g/L的对照品溶液。取1 mL加入100 mL容量瓶中, 用正己烷溶解并稀释至刻度, 摆匀, 制得5.98 mg/L的对照品溶液。依次进样1、3、5、7、9 μL对照品溶液, 色谱分析条件同上, 分析结果见图1。

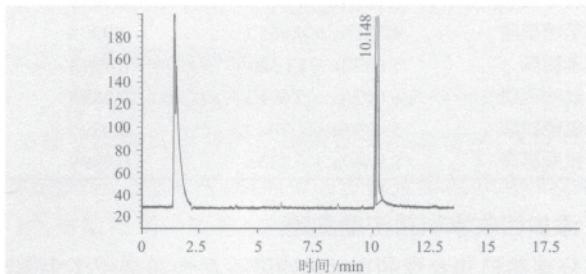


图1 噻唑磷对照品GC色谱图

对照品的进样量在5.98~53.82 mg/L时, 回归方程 $y=402.82x-15.869$, 峰面积y与进样量x呈良好的线性关系($r=0.9997$)。

收稿日期:2009-08-19,修返日期:2009-09-25

基金项目:山东省博士后创新项目专项资助(200703015)

作者简介:刘秀明(1983—),女,硕士研究生,主要从事精细化学品的研究。E-mail:xiuming2010@163.com。

通讯作者:刘玉法(1962—),男,博士,研究生导师,主要从事精细化学品的研究。E-mail:liuyf0531@126.com。

2.3 稳定性测定

分别在0、2、4、6、8 h取对照品溶液1 μL ,按上述色谱条件进行GC色谱分析,并对所得噻唑磷峰面积进行计算, RSD=1.26% ($n=5$),表明8 h以内对照品溶液是稳定的。

2.4 精密度测定

每次取对照品溶液1 μL ,按上述色谱条件进行GC色谱分析,连续5次进样,对所得噻唑磷峰面积进行精密度计算, RSD=2.15% ($n=5$)。

2.5 回收率测定

精密称取噻唑磷样品各5份(约相当于噻唑磷10 mg),置于25 mL量瓶中,分别加入对照品溶液10、15、20 mL,测定制样品中噻唑磷的含量,加样回收率为97.85%~101.85%, RSD为2.19% ($n=5$)。

2.6 重现性测定

每次取样品溶液1 μL ,按上述色谱条件进行GC色谱分析,连续5次进样,对所得噻唑磷峰面积进行计算,其 RSD=2.65% ($n=5$),表明重现性良好。

2.7 样品噻唑磷含量的测定

准确称取样品10.0 mg,加入25 mL容量瓶,用正己烷溶解并定容,取1 mL加入100 mL容量瓶中,用正己烷溶解并稀释至刻度,摇匀,制得噻唑磷样品的待测溶液。取1 μL 待测溶液进样分析,色谱图见图2,3次平行进样分析,样品中噻唑磷平均含量为93.03%。

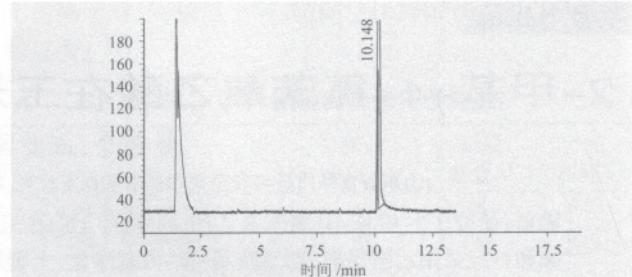


图2 噻唑磷样品的GC色谱图

3 结论

通过噻唑磷GC法含量的方法学研究,提出了一种简单、快速、精确的定量分析方法,为噻唑磷原油含量检测及其制剂产品检验提供了一条可靠的分析方法。

参考文献:

- [1] 芳贺隆弘,土岐忠昭,小柳徹,等.有机磷及其杀虫、杀菌和杀线虫剂:JP, 60-104096[P]. 1985-06-08.
- [2] 芳贺隆弘,土岐忠昭,小柳徹,等.有机磷化合物及其制造方法:JP, 63-211293[P]. 1988-09-02.
- [3] Ishihara Sangyo Kaisha Ltd.. Organophosphorus Compound and Insecticidal, Miticidal or Nematicidal Composition Containing It: US, 4590182[P]. 1986-05-20.
- [4] 沈德隆,曹炜.噻唑磷的合成[J].农药, 2005, 44(5): 208-209.
- [5] 翁建全,沈德隆,谭成侠.异构化法合成噻唑磷[J].农药, 2006, 45(8): 527-528.
- [6] 朱静,周欣,付春梅,等.固相萃取-气相色谱/质谱联用测定环境中噻唑硫磷农药残留[J].色谱, 2004, 22(6): 655-657.

责任编辑:李新

欢迎订阅2010年《农药快讯》《现代农药》

《农药快讯》(半月刊)始创于1985年,是国内创刊最早的农药信息类期刊。经过20多年的深厚积累,已发展成为我国农化行业享有很高声誉、深受广大读者喜爱、颇具影响的专业刊物。《农药快讯》依托强大的技术后盾、依靠资深的作者群落、借助先进的网络系统,将自己打造成“准确、快速、全面、实用”的信息使者。

《农药快讯》着重报道农药的政策法规和管理动态;及时传播我国农药工业的科技创新和科研成果;详实再现海外农药公司和研发的最新动态;研究探讨业内热点话题;广泛采集植物保护和农技推广的最新信息;系列介绍农药的相关知识;全年免费为订户发布供求信息。是农资系统、植保领域、科研院所、生产企业、农技推广部门等以及越来越多的个体经营和种植者乐于查阅的宝贵资料。

“农药快讯信息网”(www.agroinfo.com.cn)是农药快讯的全真网络版,创建于2006年1月,收录了《农药快讯》自2005年第23期开始的上百期内容,信息量大,内容丰富,查询方便。《农药快讯》的订户可免费获赠信息网的用户名和密码,本网亦可单独订阅。

《现代农药》(双月刊)是中国科技核心期刊、中国农药行业科技类重点刊物,网站<http://nyxd.chinajournal.net.cn>。刊号CN 32-1639/TQ(国内)、ISSN 1671-5284(国际)。《现代农药》发行量大,影响面广,是美国化学文摘CA收录期刊、中国核心期刊(遴选)数据库收录期刊、中国学术期刊综合评价数据库统计源期刊、万方数据数字化期刊群收录期刊、中国期刊网、中国学术期刊(光盘版)全文收录期刊、中国期刊全文数据库收录期刊、中文科技期刊数据库收录期刊。

《现代农药》及时报道中国农药研究技术最新进展,密切关注国内外农药机构、农药品种及市场的最新动态,着力展示中国农药行业发展水平、促进农药界的技术交流与进步。主要栏目有:专论与综述、研究与开发、创制与生测、分析与残留、环境与毒理、加工与助剂、生物农药与生物技术、新品种新技术、原料与中间体、工艺与设备、药效试验、专题讲座、国外信息等。本刊是展示现代农药最新科技进展的前沿平台,适合于广大从事农药生产、科研、开发、教学、管理、销售、推广及应用等人员订阅。

《农药快讯》定价200.00元/年,8.50元/期,自办发行。“农药快讯信息网”(www.agroinfo.com.cn)定价100.00元/年。

《现代农药》邮发代号28-304,定价60.00元/年,10.00元/期。邮局和本刊编辑部均可订阅。

请订阅者按下列地址汇款:

信汇地址:开户行:工商银行南京汉中门支行;帐号:4301030109100015508;收款单位:江苏省农药研究所股份有限公司

邮汇地址:南京市螺丝桥80号《农药快讯》《现代农药》编辑部;邮编:210019;联系电话:025-86581148;传真:025-86581147

联系人:顾群,柏亚罗;Email:nyxxz@263.net agrochem@263.net agrochem_xdny@163.com;网址:<http://www.agroinfo.com.cn>