

杀螟晶主要成分的气相色谱分析

黄荣斌,周婉贞,胡伟

(浙江工业大学化工与材料学院,浙江 杭州 310032)

摘要:采用SQ-206型气相色谱仪,对马拉硫磷与三唑磷混剂(杀螟晶)在10%SE-30不锈钢填充柱(2 m×2 mm/6 201 红色担体)上的分析进行分析,确定了最佳色谱分析条件,建立了定性定量方法。

关键词:气相色谱;马拉硫磷;三唑磷

中图分类号: O658

文献标识码: A

文章编号: 1671-8798(2003)S0-0009-03

为了提高农药的杀虫活性,扩大杀虫广谱性,常将不同农药进行混配。三唑磷和马拉硫磷混剂就是一种同类不同种混配的有机磷农药混剂。一般来说,混配农药的毒性较单一农药大,有的是各自毒性相加,有的是各自毒性相乘。近年来,国内研制新农药时,将两种或多种农药混配现象明显增多,究其原因,一方面是由于农作物病虫害产生抗病性,使用混配农药可以暂时减少耐药现象,另一方面是研制一种全新农药耗时费力,又需要大量资金,而搞混配农药,能快速见效,并且采用作用机理及代谢途径不同的杀虫剂混用能解决害虫抗药性问题。我国一些学者通过试验已筛选出一些对多种害虫具有增效作用的复配制剂,并在生产中广泛应用,取得了防治抗性害虫的理想效果。近几十年来,农药的复配混剂发展很快。

有机磷农药类在混剂中比较常见,三唑磷和马拉硫磷混剂(杀螟晶)就是其中一种。马拉硫磷(商品名 Malathion)又名马拉松,化学名称为二硫代磷酸 O,O-二甲基-S-(1,2-乙二酯基乙基)酯,是一种高效、低毒的接触性杀虫剂。三唑磷(商品名 triazophos)化学名称为:O,O-二乙基-O-(1-苯基-1,2,4-三唑-3-基)硫代磷酸酯,是一种具有触杀、胃毒作用的广谱、高效、中等毒性的有机磷杀虫、杀螨剂。马拉硫磷与其他有机磷农药的分离测定方法,国内外均有报道^[1,2],而三唑磷与其他各种有机磷农药的分离测定方法,国内外报道不多。马拉硫磷与三唑磷这两种有机磷混配农药的分离测定,国内外文献中均未发现有专门阐述。在建立马拉硫磷、三唑磷混剂的气相色谱分析方法的过程中,考虑到这两种组分在混剂中的稳定性,本实验采取低柱温、降低汽化室温度来减少避免混剂成分的分解。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

SQ-206型色谱仪(配FID),北京分析仪器厂提供;GCD-300B型氢气发生器、GCN-1300型氮气发生器、SPB-3型全自动空气源,北京中惠普分析技术研究所提供;丙酮、正庚烷等(A.R.);三唑磷(80.0%)、马拉硫磷(88.0%),浙江工业大学化工厂提供。

杀螟晶样品,浙江工业大学化工厂提供。

1.2 实验色谱条件

固定相:10%SE-30/6 201 红色担体;不锈钢柱:2 m×2 mm;柱温:120℃;汽化室温度:170℃;检测室温

收稿日期:2003-09-10

作者简介:黄荣斌(1965—),男,浙江杭州人,副教授,从事色谱分析研究。

度:170℃;载气流量:8.7 mL/min;氢气流量:15.3 mL/min;空气流量:120.0 mL/min;衰减:1/8,进样量:0.4 μ L。

1.3 实验方法

在选定的色谱条件下,分别作各种操作条件的条件实验(色谱柱及固定液选择限于篇幅,略),确定最佳操作条件。在最佳操作条件下,对杀螟晶(样品)进行定性与定量,并作回收率试验。

2 结果与讨论

2.1 温度的选择

改变柱温,测定分离度,根据柱温与分离度的关系,确定最佳柱温,再分别改变检测器、进样器温度,测定各温度下的峰高响应值,根据温度与峰高响应值的关系,确定最佳柱温:120℃;进样口(汽化室)温度:170℃;检测器温度 170℃。根据上述方法,得出最佳色谱条件下的样品色谱分离如图 1 所示。经试验,在确定的温度下,杀螟晶样品中的主要成分未见分解现象。

2.2 定性分析

本实验备有马拉硫磷和三唑磷的标准物,故利用已知物直接对照法定性,这种方法简单,可靠。马拉硫磷和三唑磷的保留时间分别为 3min08s,4min50s。

2.3 标准曲线的绘制

取含量 0.03 ~ 0.30 g/mL 三唑磷的丙酮溶液,分别进样 1.0 μ L,在选定的色谱条件下,测定各进样量对应的峰高响应值,得进样量与峰高的标准曲线,该标准曲线经回归后,得到的回归方程为: $y = 17.629x - 0.4829$;相关系数: $r = 0.9912$;线性良好。取含量 0.05 ~ 0.50 g/ml 马拉硫磷丙酮溶液,分别进样 1.0 μ L,在相同的条件下,得到的标准曲线经线性回归后,得到的回归方程为: $y = 21.406x - 0.5126$;相关系数为: $r = 0.9985$,线性良好。

2.4 样品的定量分析

在色谱仪器及操作等分析条件严格固定不变的情况下,采用外标法定量。测定杀螟晶(样品)的结果为三唑磷 11.68%,马拉硫磷 28.69%。

2.5 回收率的测定

对样品分析进行回收率试验。在一定量马拉硫磷、三唑磷混剂样品中准确加入一定量的标准品三唑磷(百分含量 88%),和标准品马拉硫磷(百分含量 80%),以丙酮为溶剂定溶至 100.00 mL,进行色谱分析,得到的实验结果如表 1 所示:

表 1 回收率数据记录与处理结果

样品量 (g)	加入量/g		测定值/%		回收率/%	
	三唑磷	马拉硫磷	三唑磷	马拉硫磷	三唑磷	马拉硫磷
2.304 2	0.086 4	0.282 9	13.03	29.63	96.23	98.33
2.304 2	0.172 7	0.424 3	14.42	32.53	97.98	97.85
2.304 2	0.345 4	0.565 8	17.47	36.65	103.00	101.72

2.6 精密度试验

对样品平行测定 9 次,测量各组峰中三唑磷、马拉硫磷的峰高,得三唑磷与马拉硫磷的相对平均偏差为 0.067、0.049 7。

3 结 论

本文采用 SQ-206 型气相色谱仪,以 SE-30 为固定液,红色 201 担体为载体,使用氢火焰检测器(FID),在柱温 120℃,汽化室温度 170℃,检测室 170℃,载气流量为 8.7 mL/min,氢气流量为 15.3 mL/min,空气流量

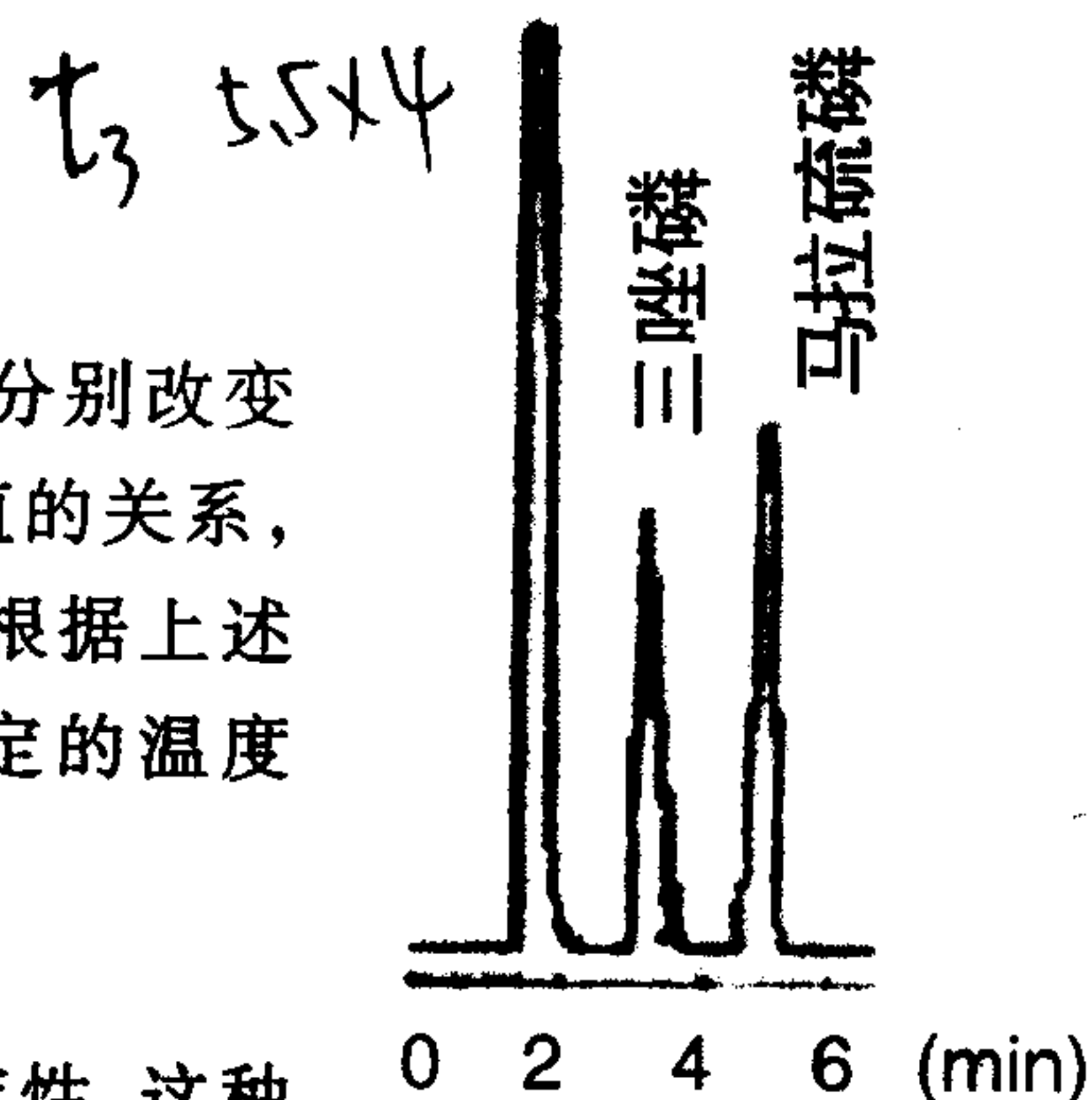


图 1 杀螟晶样品色谱图

为 120.0 mL/min 的条件下对混配马拉硫磷,三唑磷混剂农药进行分离测定,并用外标法进行定量分析。方法简单,方便,快捷。

参考文献:

- [1] 郑秋萍. 5% 子灵颗粒中三唑磷的气相色谱分析[J]. 农药, 1996, 35(10): 21 - 22.
- [2] 施介华, 李富新. 气相色谱法测定三唑磷[J]. 农药, 1994, 33(1): 17 - 18.

Determination of mixture of malathion and triazophos by gas chromatography

HUANG Rong-bin, ZHOU Wan-zhen, HU Wei

(College of Chemical and Materials Engineering, Zhejiang University of Technology, Hangzhou 310032, China)

Abstract: A method was introduced for the determination and separation of two organophosphorus pesticides (malathion and triazophos) by GC. A gas chromatographic model GC SQ-206 equipped with steel column (2m × 2mm) packed with SE-30 and red support 210(80 ~ 100mesh) was used. The experiment shows the best chromatography operation condition and sets up the method of qualitative and quantitative analysis.

Key words: gas chromatographic; malathion; triazophos

(上接第 18 页)

参考文献:

- [1] 李永和. 对食用油脂营养价值的新认识[J]. 中国油脂, 1997, 22(4): 13 - 15.
- [2] 王映强, 赖炳森, 颜晓林, 等. 亚麻子油中脂肪酸组成分析[J]. 药物分析杂志, 1998, 18(3): 176 - 180.
- [3] 王思宏, 方英玉, 朴英爱, 等. 毛细管气相色谱-质谱法测定核桃仁油的脂肪酸[J]. 延边大学学报(自然科学版), 1999, 25(1): 23 - 25.
- [4] 张学杰, 李法曾, 程传格. 栎树种油中脂肪酸组成的气相色谱-质谱分析[J]. 分析测试学报, 2000, 19(4): 46 - 47.
- [5] 周永红, 李伟光, 易封萍, 等. 气相色谱-质谱法测定蒜头果油中的脂肪酸[J]. 色谱, 2001, 19(2): 147 - 148.
- [6] 王鸿梅, 冯静. 荜澄茄油中脂肪酸组成的分析[J]. 天津医科大学学报, 2001, 7(4): 509 - 510.
- [7] 陈振德, 庄志铨, 许重远. 白芥子油含量及其脂肪酸测定[J]. 广东药学院学报, 2001, 17(2): 113.
- [8] 赵振东, 王亚玲, 杜晓光, 等. 偃松子油脂肪酸组成的研究[J]. 林产化工通讯, 2001, 35(4): 11 - 13.

Fatty acid analysis of soybean oil by GC - MS

WANG Jin, LI Zu-guang, HU Wei, QIAO Jian-feng, MO Wei-min, HU Bao-xiang

(College of Chemical and Materials Engineering, Zhejiang University of Technology, Hangzhou, 310014, China)

Abstract: There are many fatty acids in the natural seed oil which are beneficial to our health. The fatty acids in soybean oil were transesterified in methanol at 60℃. The initiator acids, now present as the corresponding methyl esters and the relative contents of FAMES were analyzed by GC/MS. 16 fatty acids have been identified and their relative contents were determined by area normalization. The index of unsaturation for the oil is above 83%, oleic acid, linoleic acid, palmitic acid and octadecenoic acid are chief components, and their relative contents are 50.62%, 32.45%, 11.12% and 4.82%, respectively.

Key words: soybean oil; fatty acids; GC - MS analysis