

ND—903 杀菌混剂分析方法及热贮稳定性的研究

范志先 张 浩 许允成 龙自强*

(吉林农业大学农商学院 长春 130118)

摘 要 采用标准分析方法,分别测定了ND—903中的三乙膦酸铝和百菌清的含量,并进行了热贮稳定性的研究。试验结果表明,采用碘量法和气相色谱法分别测定ND—903中有效成分含量的分析方法可行。准确度(99.4%~101.4%)和精确度($S_x=0.36$, $CV=0.44\%$)符合要求,ND—903中两种主要有效成分热稳定性较高,相对分解率2.79%,与其组成的单剂相对分解率(三乙膦酸铝1.06%,百菌清0.44%)差异不显著。ND—903热贮前后悬浮率分别是82.6%和76.9%

关键词 三乙膦酸铝 百菌清 热贮试验

ND—903主要由三乙膦酸铝(Phosetyl—Al)和百菌清(Chlorothalonil)复配而成,对黄瓜霜霉病有较高防效。三乙膦酸铝和百菌清单剂有现成的分析方法^[1,2],然而两者混剂的分析方法尚未见报道。三乙膦酸铝不溶于常见的溶剂,因此,ND—903有效成分的定量无法在一次分析过程中完成。本文分别采用碱解碘量法和气相色谱法,考察了ND—903的热贮稳定性,对热贮前后两种有效成分含量和固体物悬浮率的变化进行了对比试验。

1 材料与方法

1.1 ND—903中三乙膦酸铝含量及酸度的测定

百菌清在酸、碱介质中均很稳定,因此,可以参照国家行业标准ZBG25009—89分析方法,直接测定ND—903中三乙膦酸铝的含量及酸度^[1]。

1.2 ND—903中百菌清含量的测定

1.2.1 试剂 80%ND—903WP(本校加工);98%百菌清原粉(湖南农药厂);75%百菌清WP(美国产);百菌清标准品:99%;二甲苯AR、邻苯二甲酸二丁酯AR均无干扰物。

1.2.2 仪器和操作条件 SP—501型气相色谱仪配FID;色谱柱:2m×3mm玻璃柱,填充5%OV—101+Gas chrom Q(80~100目);温度:柱室210℃,气化室、检测室250℃;气体流速:载气(N_2)40 ml/min、氢气70ml/min、空气500ml/min;进样量1 μ l,纸速10×30mm/h;保留时间:百菌清6.60min,邻苯二甲酸二丁酯10.20min(图1)。

1.2.3 测定步骤

内标溶液的制备:称取内标物邻苯二甲酸二丁酯8.0g,置于1L容量瓶中,用二甲苯

* 湖南衡阳市农资公司
收稿日期:1992—10—05

定容并充分混匀。

标准溶液的制备:称取百菌清标准品 0.1g(精确至 0.2mg)置于 10ml 容量瓶中,加入 10ml 内标溶液,盖上瓶塞并振摇,直至样品全部溶解。

样品溶液的制备:称取约含 0.1g 百菌清的 ND-903 样品(精确至 0.2mg)于 10ml 容量瓶中用内标溶液定容,充分摇动直到溶解为止。

测定:待色谱仪在选定条件下稳定后,标准品和样品溶液反复交替进样,以峰高计算百菌清的百分含量。

1.3 热贮藏试验方法和固体物悬浮率的测定

采用 CIPAC(国际农药分析协作委员会)MT46^[3],对 ND-903 中的两种单剂及三个配比的三乙磷酸铝和百菌清混剂(简称乙百混剂)进行热贮稳定性试验。固体物悬浮率的测定采用 CIPAC MT15^[3]。标准水 D(以碳酸钙计为 342mg/kg)进行测定。

2 结果与分析

2.1 方法的准确度和精密度

将已知量三乙磷酸铝和百菌清配制成不同比例的混剂。用碱解碘量法和气相色谱法分别测定同一样品中三乙磷酸铝和百菌清的添加回收率、精密度,经过 5 次测定,结果见表 1。

表 1 回收率测定结果 (%)

样 品	ND-903	1:1 混剂	2:1 混剂	4:1 混剂
三乙磷酸铝	98.70~101.57	99.37~101.76	97.83~101.65	98.96~101.31
百 菌 清	100.7~101.22	99.14~100.98	100.61~101.65	100.76~101.03

表 2 精密度测定结果

样 品	ND-903		1:1 混剂		2:1 混剂		4:1 混剂	
	S _x	CV%	S _x	CV%	S _x	CV%	S _x	CV%
三乙磷酸铝	0.36	0.44	0.27	0.56	0.75	1.22	0.62	0.85
百 菌 清			0.29	0.78	0.18	0.71	0.01	0.07

2.2 ND-903 有效成分总量热稳定性及酸度

热贮前 ND-903 有效成分总量为 81.43%, CV0.44%, 酸度为 0.12%; 热贮后为 79.16%, CV0.41%, 酸度为 0.25%, 其相对分解率为 2.79%, 与单剂相比, 差异不显著。

2.3 不同混比对热贮前后有效成分含量变化的影响

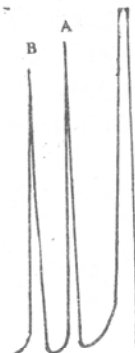


图 1 百菌清(A)和内标物(B)气相色谱图

不同配比乙百混剂中三乙磷酸铝含量变化结果(表3):1:1混剂相对分解率最高,与三乙磷酸铝相比差异极显著;与2:1,4:1相比差异显著。但是各种配比的乙百混剂相对分解率在允许变动范围以内^[4];不同配比乙百混剂中百菌清含量变化结果(表3):百菌清在各种配比的混剂中热稳定性很高,含量几乎没有变化。各种配比的相对分解率差异不显著。

表3 混配比率对两种有效成分热贮前后含量变化的影响

混 剂 (三乙磷酸铝:百菌清)	三乙磷酸铝			百 菌 清		
	热贮前(%)	热贮后(%)	相对分解率(%)	热贮前(%)	热贮后(%)	相对分解率(%)
1:1 混剂	50.05	46.15	7.80	36.79	37.32	-1.44
4:1 混剂	74.44	71.13	4.46	14.81	14.84	-0.20
2:1 混剂	63.66	61.19	3.88	25.48	25.46	0.08
三乙磷酸铝(重结晶)	93.08	92.10	1.06	—	—	—
75%百菌清 WP	—	—	—	74.97	74.64	0.44

2.4 乙百混剂热贮前后固体物悬浮率的变化

随着百菌清在混剂中所占比例的增大,悬浮率也逐渐下降(表4)。热贮后的乙百混剂悬浮率也符合要求^[4]。由于三乙磷酸铝溶于水,因此,增加它的比例,混剂悬浮率提高。

表4 三乙磷酸铝与百菌清混剂热贮前后固体物悬浮率的变化

药 剂	热贮前(%)	热贮后(%)	相对下降率(%)
ND-903	82.6	76.9	6.9
1:1 混剂	75.0	68.7	8.4
2:1 混剂	90.1	85.1	5.5
4:1 混剂	99.9	97.3	2.6
75%百菌清 WP	68.9	63.1	8.4

3 讨 论

3.1 研究表明,杀菌混剂 ND-903 各组分有效成分含量的分析,可以采用它们各自的分析方法进行单独测定。采用碱解碘量法测定三乙磷酸铝时,组分中百菌清干扰很小,可以通过乙醇-乙腈或丙酮溶液萃取及空白测定加以校正。用二甲苯萃取三乙磷酸铝,其萃取液未见杂质峰。不溶于二甲苯的三乙磷酸铝所占体积可忽略不计。

3.2 ND-903 等样品热贮前后有效成分含量对比结果表明:ND-903 及其混剂中的两种有效成分相对分解率很低,其热稳定性相当于单剂。悬浮率变化结果表明:ND-903 配方合理,可进行工艺放大试验。

参 考 文 献

- 1 化工部化工产品标准审查委员会编. 农药标准汇编(1990年). 中国标准出版社, 1991, 250~258, 437~481
- 2 中国农科院植保所等合编. 农药分析(第三版). 化学工业出版社, 1988, 393~396, 420~422
- 3 CIPAC HANDBOOK 1970, Vol. 1, 861~868, 951~954
- 4 凌世海. 联合国粮农组织(FAO)农药标准的应用. 农药, 1990, 29(3), 45~46