

# 15%速克灵弥散型烟剂各项性能指标及测定研究

单文荣, 刘贵巧

(河北工程大学 农学院, 河北 邯郸 056021)

**摘要:**以 15%速克灵弥散型烟剂为试材, 采用气相色谱外标法, 测定其有效成分, 计算出产品的成烟率; 通过自然点温度测定、碰撞试验、热贮性安全试验及靶标作物药害检测, 测定其安全性; 并测定其含水量和弥散性。结果表明: 该种烟剂有效成分含量为 15% 以上、成烟率为 85.84%~87.11%、自然点温度(139±2)℃, 安全性好, 水分含量为 0.2204%, 弥散度高; 各项性能符合企业烟剂产品标准。

**关键词:**5%速克灵弥散型烟剂; 指标; 测定

**中图分类号:**S 432.4 **文献标识码:**A **文章编号:**1001-0009(2011)10-0128-03

随着保护地果菜等栽培面积的迅速发展, 特定的田间小气候、微环境导致病虫害发生种类和程度有很大变化。在这样的条件下, 采用常规的喷雾防治造成棚室湿度提高, 更容易造成病虫害严重发生且抗性提高。烟剂用于保护地防治病虫害, 不但克服了常规喷雾的缺陷, 而且具有操作简便、药剂颗粒小、覆盖性能好、扩散性强、药效均匀周到等特点。但如何提高烟剂产品的质量, 确保田间应用效果, 确立烟剂产品的各项性能指标及测定方法是基本的保障。关于弥散型烟剂的各项性能指标及测定方法未见报道。课题组在长期的研制烟剂新产品的过程中, 逐渐摸索出一套衡量高质优效的烟剂各项性能指标及简便易行、快速准确的测定方法, 也以此为衡量标准, 筛选新的优质烟剂配方。

## 1 材料与方法

### 1.1 试验材料

15%速克灵弥散型烟剂(河北工程大学农学院研制); 速克灵标准品: 已知准确含量≥99.4%; 丙酮(GB686): 分析纯; 二氯甲烷: 分析纯。仪器: 气相色谱仪-FID; 色谱柱: 柱长 0.5 m, 内径 3 mm 玻璃柱, 填充物 5%OV-101/Gas Chrom Q(80-100 目); 真空旋转蒸发器; 搅拌器; 抽气泵等。

### 1.2 试验方法

1.2.1 有效成分含量及成烟率的测定 烟剂有效成烟率的高低, 直接影响到药剂在田间的防病效果。一般质

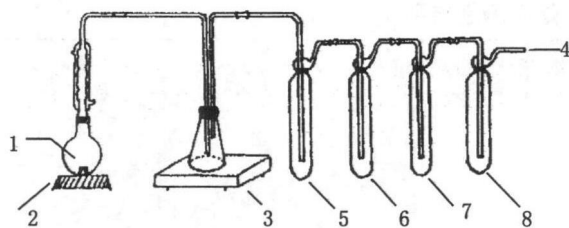
量要求规定其达到 75% 即为合格。烟中有效成分收集及测定: 称取 15%速克灵弥散型烟剂样品 150 mg(准确至 0.1 mg)于金属小盒中, 置于圆底烧瓶内, 在 250 mL 磨口三角瓶中加入 125 mL 丙酮, 在 3 个吸收管中各加入 20 mL 丙酮, 按图 1 接好装置, 打开抽气泵, 使吸收液有少量气泡发生, 用小电炉加热圆底烧瓶, 使烟剂发烟, 待发烟结束即可停止加热。烟通过装有磁力搅拌器的吸收三角瓶及吸收管被吸收。待烧瓶冷却后, 将其拆卸, 将吸收液转移至旋转蒸发器烧瓶中, 把小金属盒从烧瓶中取出, 用少量丙酮将圆底烧瓶、三角瓶、吸收管、连接管洗涤 3 次, 洗液也移入同一烧瓶中, 在真空旋转器上(水浴 40℃)蒸发至干, 用二氯甲烷定容到一定体积, 并用超声波使其残留物充分溶解, 待气相色谱测定。气相色谱操作条件: 柱温: 190℃; 进样口温度: 230℃; 检测器温度: 230℃; 载气: 高纯氮气流速 40 mL/min; 氢气: 0.6 kg/cm<sup>2</sup>。烟剂有效成分含量的测定: 称取 15%速克灵弥散型烟剂样品 700 mg(准确至 0.1 mg), 用二氯甲烷溶解稀释至 25 mL, 待气相色谱仪测定。测定结果与烟吸收液中有效成分含量对照, 气相色谱图见图 2。在上述操作条件下, 所测烟剂样品有效成分含量  $C_x$ (%)按下式计算:

$$C_x = \frac{H_x \cdot C_s \cdot Q_s \cdot V_x}{H_s \cdot W \cdot Q_x} \times P, \text{ 式中: } H_x \text{ 为样品农药}$$

的峰高(mm);  $C_s$  为标准溶液中农药的浓度(mg/mL);  $Q_s$  为标准溶液进样量( $\mu$ L);  $V_x$  为样品定容体积(mL);  $H_s$  为标准溶液中农药的峰高(mm);  $W$  为样品称样量(mg);  $Q_x$  为样品溶液进样量( $\mu$ L);  $P$  为农药标准品的百分含量(%). 用烟剂发烟时吸收液中有效成分含量与烟剂有效成分含量之比来计算成烟率。

**第一作者简介:**单文荣(1964-), 女, 本科, 教授, 现从事植物保护教学与科研工作。E-mail: shanwenrong@163.com。

**收稿日期:**2011-03-09



1. 烟剂;2. 电炉;3. 磁力搅拌器;4. 接抽气泵;  
5,6,7 吸收管;8. 缓冲管

图1 成烟装置

1.2.2 烟剂安全性测定 为提高烟剂产品在制造、贮藏和运输过程中的安全性,以自燃温度、重锤试验和碰撞试验等指标的制定来控制。烟剂安全性测定也包括进行热贮存安全性试验,另一方面包括对人畜的毒性和对植物是否产生药害。自燃点温度测定:将少量样品放入清洁干燥的试管中,温度计固定于试管边,使样品层面与温度计的水银面平行,放入烧杯中,该烧杯中加入甲基硅油至离烧杯口 1 cm 处,烧杯放在电炉上(图 3)。接通电源加热,待温度缓缓上升至燃点前 5~10℃,注意加热速度和观察温度计刻度和试管口,使试管口冒小烟,记下此时的温度,为样品自燃点温度。重复测定 3 次。一般规定指标是:自燃温度不低于 120℃。重锤试验:采用 WL-1 型立式落锤仪测定,距地面 1 m 高度落锤烟剂产品,以不发生爆炸为合格。碰撞试验:采用 MGY-1 型摆式磨擦感度仪测定,合格产品撞击磨擦感度为钝感,不发火。热贮存安全性试验:将一定量烟剂产品置于恒温箱(50±2℃)存放 14 d,在(80±2)℃条件下,存放 7 d 后观察是否自燃,不自燃为合格。

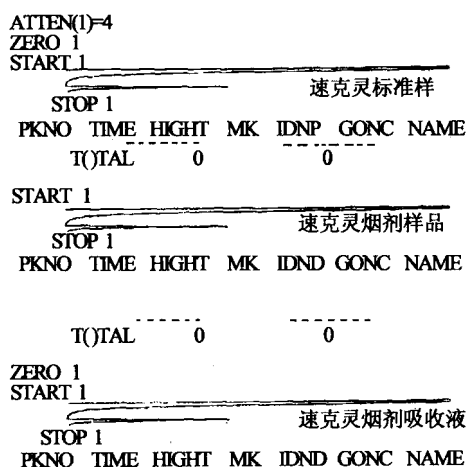
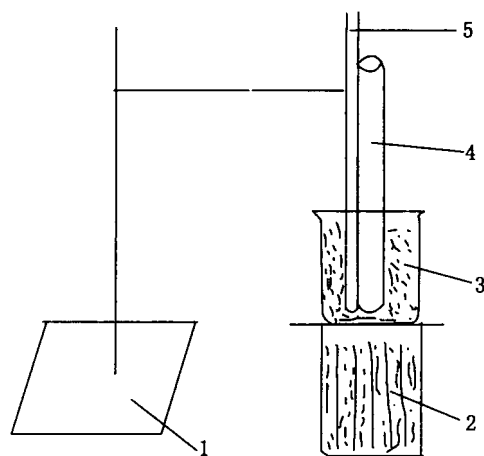


图2 速克灵烟剂色谱图

1.2.3 烟剂水分含量测定 为确保烟剂产品质量和效果,一般企业标准中规定其含水量不超过 2.5%。烟剂产品含水量高时,会影响发烟效果,进而影响对病害的



1. 铁架台;2. 电炉;3. 烧杯;  
4. 试管;5. 温度计(100~150℃)

图3 自燃点温度测定装置

防治效果。为了防止烟剂潮湿,需将其放置在阴凉干燥处。测定方法:将盛有干燥剂的干燥器置于 120℃ 烘箱中,烘 6 h,至干燥剂呈蓝色,再将盛有样品的烧杯称量后置于干燥器保存 5 d 干燥剂仍呈蓝色时,取出称样品量。按下式计算:

$$\text{含水量}(\%) = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100\%, \text{式中: } m_1 \text{ 为干燥前}$$

样品质量(g);  $m_2$  为干燥后样品质量(g)。

1.2.4 烟剂弥散性测定 通过考察烟剂放烟过程中烟雾的水平与垂直分布,衡量烟剂的发烟弥散程度,即在大棚中按距发烟点不同距离,各在蔬菜植物的不同高度(上、中、下)、不同方位(正、背、侧面)用透明胶将盖玻片粘接在叶片上,发烟后,在一定时间取出盖玻片,在显微镜下观察着落烟粒的多少。

## 2 结果与分析

### 2.1 烟剂有效成分含量及成烟率的测定结果

2.1.1 方法精密度的测定 按上述操作条件,取 15% 速克灵弥散型烟剂试样 3 批,每批重复 3 次,测定有效成分含量及成烟率,从表 1 可看出,15% 速克灵弥散型烟剂的成烟率达 85.84%~87.11%,标准偏差为 0.7209%~1.0989%,变异系数为 0.84%~1.26%。重复测定数据基本平行,表现了较好的精密度。

2.1.2 方法准确度的测定 用该方法测得的已知含量的样品(准确称取 0.5 g,精确至 0.0001 g)中,加入已知量的速克灵标准品(准确称取 0.5 g,精确至 0.0001 g)按上述方法处理样品,计算成烟率,3 次重复,其成烟率平均为 86.47%,与 15% 速克灵弥散型烟剂成烟率数据基本接近,表现了较好的准确度。

表 1

15%速克灵弥散型烟剂成烟率测定结果

试样批号	重复次数	烟剂有效成分含量/%	烟吸收液有效成分含量/%	成烟率/%	平均值/%	标准偏差/%	变异系数/%
1	1	15.25	13.36	87.61	87.11	1.0989	1.26
	2	15.69	13.47	85.85			
	3	15.41	13.54	87.87			
2	1	15.61	13.51	86.55	86.47	0.7527	0.87
	2	15.18	13.01	85.70			
	3	15.81	13.78	87.16			
3	1	15.49	13.37	86.31	85.84	0.7209	0.84
	2	15.28	12.99	85.01			
	3	15.58	13.43	86.20			

## 2.2 烟剂安全性测定结果

15%速克灵弥散型烟剂重复测定 3 次,其自燃点温度范围在 $(139\pm 2)^{\circ}\text{C}$ ,大于 $120^{\circ}\text{C}$ ;做重锤试验均表现不爆炸、不明火;做碰撞试验均表现钝感、不发火;在 $(50\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 恒温箱内连续保存 14 d,检测结果为无分解和变色着火现象;在 $(80\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 恒温箱内连续保存 7 d,无自燃现象发生。以使用常量 $(0.3\text{ g}/\text{m}^3)$ 的 2 倍 $(0.6\text{ g}/\text{m}^3)$ 和 5 倍 $(1.5\text{ g}/\text{m}^3)$ ,测定 NIH 小白鼠吸入毒性,结果为无任

何中毒症状和死亡出现;在大棚中,用药剂量 $1\ 000\text{ g}/667\text{ m}^2$ ,为常用剂量的 3 倍之多 $(330\text{ g}/667\text{ m}^2)$ ,对黄瓜、韭菜、番茄等主要棚室蔬菜未见药害出现。

## 2.3 水分含量测定结果

15%速克灵弥散型烟剂水分含量测定结果见表 2。从表 2 可看出,15%速克灵弥散型烟剂水分含量为 0.2204%,小于 2.5%。符合质量要求。

表 2

15%速克灵弥散型烟剂水分含量测定结果

样品名称	$m_1$ (干燥前样品质量)/g			$m_2$ (干燥后样品质量)/g			平均含水量/%
	I	II	III	I	II	III	
15%速克灵弥散型烟剂	59.0250	61.0950	72.0021	58.8045	60.9931	71.9152	0.2204

## 2.4 烟剂弥散性测定结果

通过对 15%速克灵弥散型烟剂放烟过程中烟雾的水平与垂直分布测定,表明其发烟与扩散性能优良,每一标准棚应用 $0.3\text{ g}/\text{m}^3$ 烟剂量,其水平分布(棚内各点)的着药量差异在 1.92%~9.26%,达到了分布均匀弥散程度;通过棚内不同高度(上、中、下)、不同方位(正、背、侧面)和不同间距的缝隙 $(0.5\sim 5.5\text{ mm})$ 着药量试验,表明烟雾可以分布到达植株的正、背、侧各面,甚至可扩散到 0.5 mm 的缝隙中。可见,该烟剂除了对植株表面的病菌有防治作用外,还可顾及到地面、棚顶、棚壁及空中悬浮的病菌,起到了全方位杀菌作用,克服了烟雾近浓远稀现象。

## 3 结论

该研究表明,15%速克灵弥散型烟剂有效成分含量在 15%以上,成烟率为 85.84%~87.11%,自然点温度 $(139\pm 2)^{\circ}\text{C}$ ,安全性好,水分含量为 0.2204%,弥散度高,各项性能符合企业烟剂产品标准。

## 参考文献

- [1] 单文荣,李忠义,等. 18%克·福种衣剂高效液相色谱测定[J]. 农药,2002,41(1):19.
- [2] 李坤英,李贵深. 紫外吸光度法测定敌霉烟剂中的 TBZ 含量[J]. 河北农业大学学报,1997(2):106-109.
- [3] 李贵深,李坤英. 敌霉烟剂成烟率的测定[J]. 河北农业大学学报,1998(2):43-46.

## Performance Determination of Diffusion Type Smoke Agent of 15% Sumilex

SHAN Wen-rong, LIU Gui-qiao

(Hebei University of Engineering, Handan, Hebei 056021)

**Abstract:** This research was carried out to determine the active ingredient contents by external gas chromatography peak method in procymidone diffuse smoke (15%), and got its smoking rates. The security of smoke were determined by spontaneous combustion point temperature, impact test, thermal storage of and phytotoxicity test target crops. Used conventional methods to measure moisture content of the smoke, used a simple method devised by ourselves to measure the smoke diffuse. The results showed that the active ingredient content of this type of smoke was more than 15%, its smoke rate was 85.84%~87.11%, its ignition point temperature was  $(139\pm 2)^{\circ}\text{C}$ , its impact, thermal storage, and target plant were safety, its water content was 0.2204%, when it was used, it was distributed everywhere in the space. Its dispersion was high. The results showed that all the indicators mentioned above were in line with corporate product requirements and the methods were simple, rapid and accurate.

**Key words:** smoke agents of 15% Sumilex; performance indicator; determination