

喷多收中 α —萘乙酸的测定方法

王继军 黄士忠

o 农业部环境保护科研监测所, 天津 $z\tau\alpha\alpha Z\tau p$

摘 要 报道了喷多收中 α —萘乙酸的测定方法。样品用苯提取,在水浴上将苯蒸去,于乙醇溶解,用 $w\alpha\ 1\ 30\upsilon\ \partial\ \vartheta\ \xi\ \phi\ \Phi$ 中和滴定。该方法对 α —萘乙酸在 $x\ B\iota\ B\epsilon\ 1\ \upsilon\ \upsilon\upsilon-x\ E\iota\ B\ A$ $1\ \upsilon\ \upsilon\upsilon$ 水平上添加回收率为 $Z\ E\iota\ Z\ y\ \% -x\ w\alpha\ u\ z\ \%$,平均变异系数 $x\ u\alpha\ \%$ 。

关键词 喷多收 α —萘乙酸 苯 中和滴定

α —萘乙酸,化学式 $\Pi_{x\ y}\ \Phi_{x\alpha}\ \phi_y$,相对分子质量 $x\ E\Gamma\ u\ y$,熔点 $x\ z\ z\ ^\circ\text{C}$,微溶于冷水,易溶于热水及乙醇、酮、醚等有机溶剂。 α —萘乙酸是植物生长调节剂,它对绝大多数农作物有较为明显的增产作用。

为了保证和控制“喷多收”的产品质量,我们建立了测定“喷多收”中 α —萘乙酸含量的中和滴定法。该方法原理为萘乙酸中主要杂质萘二乙酸易溶于水,在苯中溶解度很小,而萘乙酸易溶于苯,因此可进行液液分配提取,消除萘二乙酸的干扰,提取液采用中和法滴定。

x 材料与方法

$x\ u\alpha$ 试剂

苯,乙醇, $y\ B\ \%$ 氨水溶液,饱和氯化钠溶液, $x\ w\ \%$ 硫酸溶液, $w\alpha\ 1\ 30\upsilon\ \partial$ 氢氧化钠溶液;

甲基红指示剂 $H\epsilon\ w\ \%$ 乙醇溶液;

丙基红指示剂 $H\epsilon\ w\ \%$ 乙醇溶液。

$x\ u\ y$ 仪器

碱式滴定管 $H\ B\ 1\ \partial$;

容量瓶 $H\ B\ \upsilon\ 1\ \partial\ \Theta$

分液漏斗 $H\ B\ \upsilon\ 1\ \partial$ 。

$x\ u\ \epsilon$ 试样的制备

准确称取试样 $B\ \upsilon\ 0$ 精确到 $w\alpha\alpha\ \upsilon\ p$ 于 $x\ w$

$1\ \partial$ 容量瓶中,用乙醇定容至刻度,摇匀,备用。

$x\ u\ A$ 测定步骤

将 $x\ w\ 1\ \partial$ 样品溶液,置于 $B\ \alpha\ \upsilon\ 1\ \partial$ 容量瓶中,加入 $x\ 1\ \partial\ y\ B\ \%$ 的氨水及 $x\ B\ \upsilon\ 1\ \partial$ 水,摇动,使其溶解,再加水定容。准确移取此液 $x\ \tau\ \alpha\ \upsilon\ 1\ \partial$ 置入 $y\ B\ \upsilon\ 1\ \partial$ 分液漏斗中,加几滴甲基红指示剂,再用 $x\ w\ \%$ 硫酸将其调至酸性。加 $z\ 1\ \partial$ 氯化钠饱和液,用苯萃取 z 次,每次 $y\ B\ 1\ \partial$,将苯的萃取液合并,再用 $B\ \upsilon\ 1\ \partial$ 水分数次在分液漏斗中洗涤苯层至不呈酸性,将苯层放入 $y\ B\ \upsilon\ 1\ \partial$ 三角瓶中,并在水浴上将苯蒸去,通过冷凝回收苯 p 。用中性乙醇溶解残留物,加 $y-z$ 滴丙基红指示剂,用氢氧化钠标准液滴定溶液,溶液滴定至呈黄色即为终点。

$x\ u\ B$ 计算

试样中 α —萘乙酸百分含量²,按下式计算 H

$$^2\ K\ \frac{\Pi \times \gamma \times 0\ w\ E\Gamma\ y}{1 \times 0\ \iota\ y} \times 100\ l$$

式中 Π ——氢氧化钠标准滴定溶液的试验浓度, $1\ 30\upsilon\ \partial$;

γ ——氢氧化钠标准溶液的滴定体积,

1. ∂ ;

1——样品质量 v ;

$w\alpha E\Gamma y$ ——与 $x\alpha v$ 1 ∂ 氢氧化钠标准滴定溶液 $\theta\iota\phi\Phi\rho Kx\alpha\alpha v$ 1 $\partial v\partial\kappa$ 相当的以克表示的 α —萘乙酸的质量;

$w\gamma$ ——样品质量的 xvB 。

2 结果与讨论

2.1 方法准确度

准确称取已知含量的 α —萘乙酸标样及有关溶剂、助剂等添加配制 B 个不同含量的水剂,按上述的方法测定其 α —萘乙酸,结果见表 x 。

表 x α —萘乙酸准确度数据				
样品编号	α —萘乙酸, % ρ			
	添加值	测出值	绝对误差	回收率
x	$x\iota B\beta x$	$x\iota B\kappa Z$	$w\alpha\alpha y$	$ZZ\iota yz$
y	$x\iota\Gamma\alpha B$	$x\iota\Gamma x\Gamma$	$-w\alpha\alpha x$	$x\alpha v\iota E$
z	$x\iota\Delta BB$	$x\iota\Delta\kappa\Gamma$	$w\alpha\alpha Z$	$ZE\iota Zy$
A	$x\iota E\alpha\alpha$	$x\iota E y\Delta$	$-w\alpha\alpha yA$	$x\alpha\alpha\iota z$
B	$x\iota EBA$	$x\iota EAB$	$w\alpha\alpha Z$	$ZZ\iota Bx$

2.2 方法精密度

从 $y\alpha\alpha y$ % 萘·芸水剂中,任取一批产品中 xw 个试样,也按上述方法测定,结果见表 y 。

表 y $y\alpha\alpha y$ % 萘·芸水剂中 α —萘乙酸的精密度数据

取样次数	α —萘乙酸 %			
	测定值	绝对偏差	标准偏差	变异系数
x	$x\iota ZE$	$w\alpha\alpha y$		
y	$y\alpha\alpha A$	$-w\alpha\alpha A$		
z	$x\iota Z\Delta$	$w\alpha\alpha\alpha$		
A	$y\alpha\alpha y$	$-w\alpha\alpha y$		
B	$x\iota Z\Delta$	$w\alpha\alpha\alpha$	$x\iota\alpha\alpha$	$x\iota\alpha\alpha$
Γ	$x\iota ZZ$	$w\alpha\alpha\alpha$		
Δ	$y\alpha\alpha x$	$-w\alpha\alpha x$		
E	$y\alpha\alpha\alpha$	$-w\alpha\alpha\alpha$		
Z	$x\iota ZE$	$w\alpha\alpha y$		
xw	$y\alpha\alpha\alpha$	$-w\alpha\alpha\alpha$		

从表 x 可见 α —萘乙酸的添加回收率试验结果的变化范围在 $ZE\iota Zy$ %— $x\alpha\alpha\iota z$ %;从表 y 可见, $y\alpha\alpha y$ % 萘·芸水剂产品 xw 次测定的变异系数为 $x\alpha\alpha$ % ,表明该方法的准确度和精密度符合规范要求,适用于对 α —萘乙酸的实验室分析。

参 考 文 献

x 中国农科院植保所等 u 农药分析 u 北京 H 化学工业出版社, $xZE\iota B\kappa Z-B\alpha x$

作者简介

王继军,男, zA 岁,助理研究员。现主要从事农药增效剂和农药残留分析等研究工作,研究成果获多项部级科技进步奖,发表论文 xw 余篇。

欢迎订阅 2022 年《科学学与科学技术管理》杂志

《科学学与科学技术管理》杂志是 2020 年创刊的关于科学技术管理的理论与方法研究的综合性科技期刊,本刊在的第一届全国科技期刊评比中荣获二等奖,在第二届全国科技期刊评比中荣获一等奖。 2022 年本刊被有关单位评为“科学、科学研究类期刊”中文核心期刊。

本刊栏目设有 H 科学学论坛,科委主任访谈, $y\alpha$ 世纪科技发展展望,院士专论,热点与难点,科教兴国,科委工作研究,案例启示,政策与法规,课题集锦,高新技术产业化企业现代管理,技术创新,科技管理,科技体制改革,科技·经济·社会,农业科技,教育与人才,在国外等。

国内统一刊号 $H\iota\theta xy-x\alpha\alpha\Delta v\Gamma z$
国际标准刊号 $B\kappa s\partial x\alpha\alpha y-\alpha yA x$
订阅方法 H 全国各地邮政局所 ρo 邮发代号 $\Gamma-Ayp$ 或直接向本刊编辑部订阅
开户银行 H 工商银行天津市成都道分理处
帐户 H 科学学与科学技术管理杂志
帐号 $H\alpha\alpha B y\Gamma A x\Delta\alpha\Delta E$
通讯地址 H 天津市河西区浦口道 $xA\alpha$ 号
邮政编码 $H\kappa\alpha\alpha y\alpha A$
电话 $H\alpha\alpha y\alpha yz yEEZE$
每册定价 $A\iota Bv$ 元, 全年定价 $IBA\alpha\alpha v$ 元