

◆ 农药分析 ◆

3,4-二甲氧基-4'-氯-二苯酮高效液相色谱分析

李晓玥, 高亚琳, 李红金

(沙隆达郑州农药有限公司, 郑州 450009)

摘要: 采用高效液相色谱法, 使用 YWG C₁₈ 柱和紫外可变波长检测器, 以 V(甲醇) : V(水) = 40 : 60 为流动相, 用外标法对 3,4-二甲氧基-4'-氯-二苯酮有效成分进行分离和检验。本方法标准偏差 0.41, 变异系数 < 0.48%, 平均回收率为 99.03%。

关键词: 3,4-二甲氧基-4'-氯-二苯酮; 高效液相色谱; 分析

中图分类号: TQ 450.7 文献标识码: A 文章编号: 1671-5284(2007)04-0040-02

HPLC Analysis of 3,4-Dimethoxy-4'-chloro-dibenzophenone

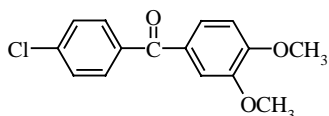
LI Xiao-yue, GAO Ya-lin, LI Hong-jin

(Sanonda Zhengzhou Pesticide Co., Ltd., Zhengzhou 450009, China)

Abstract: A high performance liquid chromatographic method for quantitative and qualitative analysis of 3,4-Dimethoxy-4'-chloro-dibenzophenone was established using a YWG C₁₈ liquid phase chromatography column and UV detector, methanol-water as the mobile phase. The standard deviation was less than or equal 0.41, coefficient of variation was less than 0.48%, and average recovery was 99.03%.

Key words: 3,4-dimethoxy-4'-chloro-dibenzophenone; HPLC; analysis

3,4-二甲氧基-4'-氯-二苯酮 (以下简称二苯酮) 是生产烯酰吗啉的重要中间体, 我们对该中间体进行了分析方法研究, 采用反相液相色谱法, 使用 Accusil C₁₈ 柱和紫外可变波长检测器, 对二苯酮有效成分进行分离和检测。此方法具有简便、迅速、准确、灵敏度高、重现性好的特点, 已成功用于烯酰吗啉的研究和生产。二苯酮的结构式如下:



1 实验部分

1.1 试剂和溶液

甲醇: 色谱级; 水: 三次蒸馏水; 标样: 已知含量 99.0%。

1.2 仪器

高效液相色谱仪; 具可变波长紫外检测器; 色谱柱: YWG C₁₈ 250 mm × 4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱;

数据处理: 色谱数据处理机; 微量进样器: 50 μL。

1.3 高效液相色谱操作条件

流动相: V(甲醇) : V(水) = 40 : 60; 流量: 0.8 mL/min; 柱温: 室温; 检测波长: 270 nm; 进样体积: 20 μL; 保留时间: 约 10.3 min。

1.4 测定步骤

1.4.1 标准溶液的配制

准确称取 0.05 g 标样 (精确至 0.000 2 g), 于 50 mL 容量瓶中用甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 备用。

1.4.2 试样的配制

准确称取 0.05 g 试样 (精确至 0.000 2 g), 于 50 mL 容量瓶中用甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 备用。

1.4.3 测定

在上述操作条件下, 待仪器基线稳定后, 连续注入数针标样溶液, 计算各针相对响应值的重复性, 待相邻两针的相对响应值变化小于 1.5%, 按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行分析。见色谱图。

收稿日期: 2006-12-30

作者简介: 李晓玥 (1972—), 女, 河南郑州人, 工程师, 从事农药分析与研究工作。

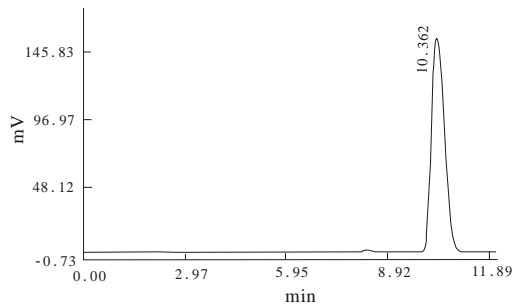


图1 二苯酮标样液相色谱图

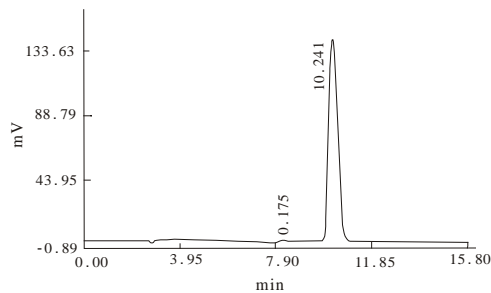


图2 二苯酮样品液相色谱图

1.4.4 计算

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中标样的峰面积进行平均,二苯酮的质量百分含量由下式计算:

$$X_1 = \frac{r_2 \times m_1 \times P}{r_1 \times m_2} \times 100\%$$

式中: r_1 ——为标样的峰面积平均值; r_2 ——为样品的峰面积平均值; m_1 ——为标样的质量(g); m_2 ——为样品的质量(g); P ——为标准品的纯度(%)

1.4.5 允许差

两次平行测定结果之差,应不大于1.5%,取其算术平均值作为测定结果。

2 结果与讨论

2.1 流动相的选择

分别选择不同比例的甲醇和水作为流动相对试样进行分离检测,结果发现当 $V(\text{甲醇})/V(\text{水}) = 40/60$ 时,有效成分和杂质的分离情况最好,峰形尖锐,保留时间适中。

2.2 检测波长的选择

在210 nm~400 nm范围进行扫描,发现在270 nm处被测组分有较大的吸收,最终确定270 nm为检测波长。

2.3 方法的线性范围测定

配制5个不同比例的二苯酮标准溶液,其质量

表示为 M ,在上述色谱条件下,分别测定二苯酮标准品峰面积,表示为 R ,以其质量 M 为横坐标,峰面积 R 为纵坐标。试验结果表明,回归方程为: $Y = 56\,775\,421.8 X - 571\,449.2$,相关系数为:0.999 4。

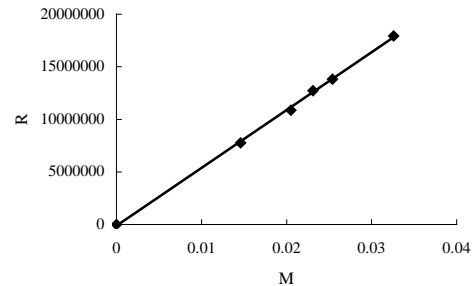


图3 二苯酮线性关系曲线

2.4 方法精密度试验

在上述色谱条件下对同一样品进行多次重复测定,结果表明,本方法标准偏差0.41,变异系数0.48%,见表1。

表1 精密度测定结果

序号	二苯酮含量/%	平均值/%	标准偏差	变异系数/%
1	85.32			
2	84.57			
3	85.73			
4	85.78	85.28	0.41	0.48
5	85.19			
6	85.35			
7	85.05			

2.5 方法准确度试验

选取已知含量的二苯酮样品,准确称取6份,并分别定量加入二苯酮标准品,在上述色谱条件下测定回收率,其回收率在98.11%~100.13%之间,平均回收率为99.03%,见表2。

表2 准确度测定结果

序号	添加标样重/g	实测标样重/g	回收率/%	回收率平均值/%
1	0.019 88	0.019 56	98.39	
2	0.022 45	0.022 48	100.13	
3	0.019 88	0.019 63	98.74	99.03
4	0.024 85	0.024 38	98.11	
5	0.014 91	0.014 88	99.83	

3 结论

本方法具有较高的准确度和精密度,并且操作简便、迅速、定量准确,是二苯酮质量检测的理想分析方法。