

乙嘧酚磺酸酯高效液相色谱分析

丁秀丽, 贾林, 刘康云, 张莹

(西安近代化学研究所, 西安 710065)

摘要 建立了高效液相色谱法测定乙嘧酚磺酸酯含量。确定的分析条件为: 色谱柱150 mm×4.6 mm(i.d.) 内装Agilent HC-C₁₈填充物 5 μm 以甲醇-乙腈-水(体积比53:22:25)溶液为流动相 检测波长240 nm 流速1.0 mL/min。该方法的线性相关系数为0.9998, 变异系数为0.43%, 相对标准偏差为0.42, 平均回收率为99.83%。

关键词: 乙嘧酚磺酸酯; 高效液相色谱

中图分类号: TQ450.7 文献标志码: A 文章编号: 1006-0413(2008)10-0747-02

Analysis of Bupirimate by HPLC

DING Xiu-li, JIA Lin, LIU Kang-yun, ZHANG Ying

(Xi'an Modern Chemistry Research Institute, Xi'an 710065, China)

Abstract: A HPLC method was developed for the determination of bupirimate. Analytical conditions involved use of a Agilent HC-C₁₈ column(150 mm×4.6 mm), 5 μm with a mobile phase of 53% methanol, 22% ACN and 25% water(by vol)and a flow rate of 1.0 mL/min, wavelength of the UV detector was 240 nm. The linear correlation coefficient for the method was 0.9998, the variation coefficient was 0.43%, the standard deviation was 0.42 and the recovery was 99.83%.

Key words: bupirimate; HPLC

乙嘧酚磺酸酯(又名乙嘧酚磺胺酯,英文通用名 bupirimate)是西安近代化学研究所在国内首家研制成功的嘧啶类杀菌剂,属于腺嘌呤核苷脱氨酶抑制剂,可被植物的根、茎、叶迅速吸收传导,具有保护和治疗作用,主要用于经济作物和观赏植物白粉病的防治^[1]。为便于及时测试实验样品含量,本文从紫外检测器检测波长、流动相溶液配比、流速等方面对乙嘧酚磺酸酯高效液相色谱测定方法进行的研究^[2-4],确立乙嘧酚磺酸酯的高效液相色谱分析方法。

1 实验部分

1.1 方法提要

试样用乙醇溶解,以甲醇-乙腈-水作为流动相,用 Agilent HC-C₁₈不锈钢柱和DAD紫外检测器(240 nm)对试样中的乙嘧酚磺酸酯进行高效液相色谱分离和检测,外标法计算其含量。

1.2 实验仪器

Varian Prostar高效液相色谱仪 配有DAD紫外检测器,色谱工作站,色谱柱:150 mm×4.6 mm(i.d.)不锈钢柱,内装Agilent HC-C₁₈填充物 5 μm,过滤器 滤膜孔径为0.2 μm,微量进样器 50 μL,电子天平。

1.3 实验试剂

乙嘧酚磺酸酯的标准品(99.5%, Sigma-Aldrich Laborchemikalien GmbH),乙嘧酚磺酸酯试验样品(自制),甲醇(色谱纯),乙腈(色谱纯),乙醇(分析纯),新蒸

二次蒸馏水。

1.4 高效液相色谱操作条件

150 mm×4.6 mm(i.d.)不锈钢柱,内装Agilent HC-C₁₈填充物 5 μm,柱温 30℃,检测器波长 240 nm,流动相:甲醇-乙腈-水(体积比53:22:25),流速:1 mL/min,进样体积 20 μL,保留时间 约5.0 min。乙嘧酚磺酸酯标准品和实验样品液相色谱图分别见图1、2。

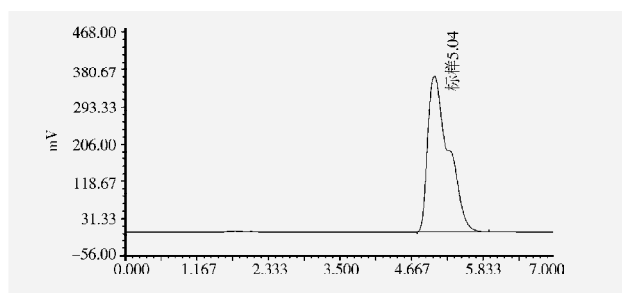


图1 乙嘧酚磺酸酯标样液相色谱图

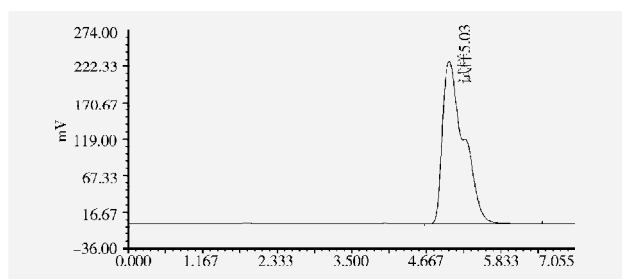


图2 乙嘧酚磺酸酯试样液相色谱图

收稿日期 2008-03-27 修返日期 2008-07-13

作者简介: 丁秀丽(1964—)女,西安人,高级工程师,主要从事农药合成、制剂和应用研究。Tel 029-88291712, E-mail ding_xiuli@163.com。

1.5 测定步骤

1.5.1 标准样品溶液的配制

准确称取乙噁吩磺酸酯标准品20、14、10、7、4 mg(准确至0.01 mg),分别置于5个25 mL容量瓶中,加入适量的乙醇试剂并稀释至刻度,摇匀,用0.2 μm滤膜过滤备用。

1.5.2 实验样品溶液的配制

准确称取14 mg(准确至0.01 mg)乙噁吩磺酸酯实验样品,置于25 mL容量瓶中,加入适量的乙醇试剂并稀释至刻度,摇匀,用0.2 μm滤膜过滤备用。

1.5.3 HPLC分析测定

待HPLC仪器基线稳定后进乙噁吩磺酸酯标准溶液,重复进样,直到相邻2针有效峰面积变化小于1%,按标样、样品、样品的顺序进样。

定量分析采用单点外标法,乙噁吩磺酸酯样品有效成分 C_s 按下式计算:

$$C_s(\%) = \frac{(A_s/A_r) \times M_r}{M_s} \times C_r$$

式中: A_s 为试样的乙噁吩磺酸酯色谱相应峰($\mu V \cdot s$)

A_r 为标样的乙噁吩磺酸酯色谱相应峰($\mu V \cdot s$)

M_r 为标样的质量(g)

M_s 为试样的质量(g)

C_r 为标准品纯度(g/g)

2 结果与分析

2.1 流动相的选择

在分析过程中为保证乙噁吩磺酸酯与其杂质的完全分离,选择甲醇、乙腈与水的不同配比作为流动相,反复进样筛选,讨论了不同配比甲醇、乙腈与水作为流动相对测定结果的影响。认为甲醇、乙腈与水的体积比53:22:25作流动相可以快速准确定量出乙噁吩磺酸酯的含量。

2.2 检测波长的选择

通过岛津UV-2100紫外分光光度计测得,在乙醇溶液中乙噁吩磺酸酯标样和试样紫外吸收一致,在 $\lambda = 241.0$ nm和 $\lambda = 302.7$ nm处的吸收为氮芳杂环产生的 E_1 带和 E_2 带吸收,因此选择241 nm波长为本方法的检测波长。乙噁吩磺酸酯标样和试样的紫外吸收图谱分别见图3、4。

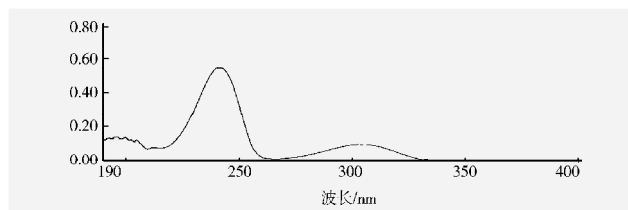


图3 乙噁吩磺酸酯标样的紫外光谱图

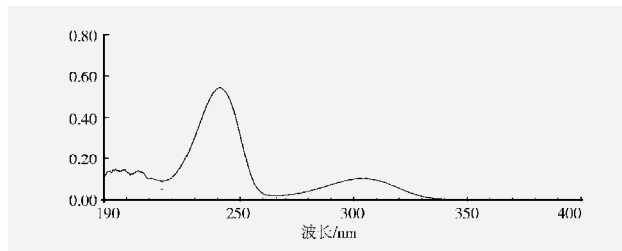


图4 乙噁吩磺酸酯试样的紫外光谱图

2.3 分析方法的线性相关性测定

在上述液相色谱操作条件下,取5种浓度标准溶液进行测定,得到乙噁吩磺酸酯线性回归方程为 $y=1.50+150.188x$,相关系数 $r=0.9998$ 。说明了该方法线性关系好,灵敏度高。

2.4 分析方法的精密度测定

选取乙噁吩磺酸酯的代表试样,按上述色谱操作条件进行5次平行测定,测定含量结果为(%) :98.30、98.23、98.75、98.01、98.10,平均值为98.30%,标准偏差为0.42,变异系数为0.43%,结果表明本方法精密度良好。

2.5 分析方法的准确度测定

称取5份已知准确含量的乙噁吩磺酸酯试样,分别加入一定量的乙噁吩磺酸酯标准品,添加量分别为15.00、16.83、17.21、18.47、19.58 mg,然后按上述方法和操作条件进行回收率的测定,测得回收率范围为99.28%~100.06%,平均回收率为99.83%,结果表明本方法准确度较高。

3 结论

建立了高效液相色谱法测定乙噁吩磺酸酯含量的分析方法。色谱柱Agilent HC-C₁₈, 150 mm × 4.6 mm (i.d.), 5 μm 柱温 30 °C, 检测波长 241 nm, 流动相: 甲醇-乙腈-水(体积比53:22:25), 流速 1.0 mL/min。具有较高准确度和精密度、重复性好、分析速度快、操作简单等特点,是乙噁吩磺酸酯质量检测较为理想的分析方法,可以指导工业化生产。

参考文献:

- [1] 刘长令. 世界农药大全(杀菌剂卷)[M]. 北京: 化学工业出版社, 2006: 284-285.
- [2] 张祥民. 现代色谱分析[M]. 上海: 复旦大学出版社, 2004.
- [3] 邹汉法, 张玉奎, 卢佩章. 高效液相色谱[M]. 北京: 科学出版社, 1998.
- [4] 于世林. 高效液相色谱方法及应用[M]. 北京: 化学工业出版社, 2001.

责任编辑: 李新