

文章编号:1002-1124(2006)04-0029-01

分
析
测
试

乙 羧 氟 草 醚 的 分 析 方 法

王 继 军

(黑龙江省化工研究院,黑龙江 哈尔滨 150076)

摘 要:本文研究了用高效液相色谱法测定乙羧氟草醚的方法。采用 Hypersil C₁₈ (5 μ) 键合相填充柱,三元流动相分离,具有可调波长紫外检测器检测,方法的标准偏差为 0.310%,变异系数为 0.407%,平均回收率为 99.0%。方法简便,准确。

关键词:乙羧氟草醚;液相色谱;分析

中图分类号:O657.7 **文献标识码:**A

Analyzing method of fluoroglycofen - ethyl

WANG Ji - jun

(Heilongjiang Provincial Chemical Engineering Institute, Harbin 150076, China)

Abstract: The determination of fluoroglycofen - ethyl by HPLC was studied. The column was filled in by bonded phase Hypersil C₁₈. It was separated by ternary mobile phase, and detected by ultraviolet detector with adjustable wavelength. The standard deviation is 0.310%, the coefficient of variation is 0.407%, and the average recovery is 99.0%. It is convenient and accurate.

Key words: fluoroglycofen - ethyl; HPLC; analyzing

乙羧氟草醚是一种高效二苯醚类除草剂,本文通过大量实验,确立了 Hypersil C₁₈ 键合相为固定相,水 + 甲醇 + 乙腈为流动相进行分离,紫外检测器外标法测定乙羧氟草醚含量的液相色谱分析方法。并对该法精密度和准确度进行考查,结果较为理想。

1 实验部分

1.1 仪器及试剂

高效液相色谱仪 (SSI - 100 型具有可调波长紫外检测器)、Anastar 色谱工作站;TG328A 分析天平;KQ - 250B 型超声波清洗器;Millipore 微孔过滤器 (带 0.45 μ m、0.5 μ m 滤膜)。

甲醇 (A. R.); 乙腈 (A. R.); H₃PO₄ (A. R.); H₂O (二次蒸馏水); 99% 乙羧氟草醚标准品。

1.2 色谱操作条件

色谱柱: Hypersil C₁₈, 5 μ 200 $\times$ 4.6mm (i. d.)

柱 温: 40

流动相: 甲醇 + 乙腈 + 水 = 50 + 25 + 25 (V + V + V)

流 速: 1.5 mL min⁻¹

检测波长: UV - 227nm

进样量: 10 μ L

该色谱条件下的乙羧氟草醚色谱图见图 1。

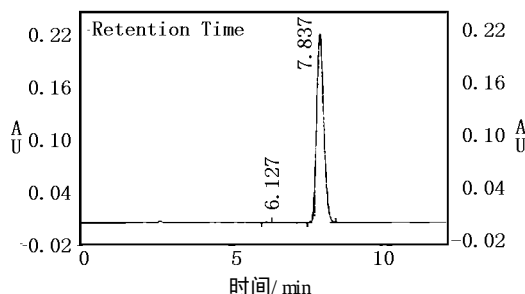


图 1 乙羧氟草醚色谱图

1.3 测定步骤

1.3.1 流动相的配制 将甲醇和乙腈分别经 0.5 μ m 滤膜过滤,二次蒸馏水经 0.45 μ m 滤膜过滤,并按甲醇 + 乙腈 + 水 = 50 + 25 + 25 (V + V + V) 配制 1000mL 混合溶液,加入 2mL H₃PO₄,在超声波发生器上排气 15min,即得所需流动相。

1.3.2 标准溶液的配制 准确称取标准品 0.03g (精确至 0.0001g),置于 100mL 容量瓶中,加入 20mL 乙腈,于超声波发生器上振溶 5min 后,冷却至室温,用流动相稀释至标线,摇匀备用。

1.3.3 试样溶液的配制 准确称取试样 0.04g (精确至 0.0001g),置于 100mL 容量瓶中,加入 20mL 乙腈,于超声波发生器上振溶 5min 后,冷却至室温,用流动相稀释至标线,摇匀备用。

(下转第 61 页)

收稿日期: 2006 - 02 - 11

作者简介:王继军 (1971 -),男,工程师,1997 年毕业于哈尔滨工程大学,现从事农药分析工作。

420nm 处吸光度。由测得的吸光度 A ,用回归方程计算对应的浓度,并计算烟碱含量,结果见表 6。

表 6 不同浸泡时间对烟碱提取量的影响

浸泡时间/h	0	2	4	8	16	24
$C(\text{烟碱})/\text{mg mL}^{-1}$	14.3	22.7	23.2	23.4	23.6	23.9

超声提取时间:30min,频率:20kHz,温度:50℃,乙醇浓度:50%。

由表 6 可见,与直接超声提取法相比,烟叶浸泡一段时间后加超声波提高了烟碱的提取量,显著地缩短了烟叶的浸泡时间。考虑实际工业生产效率,选择浸泡时间 2h 较为合适。

3 结论

实验结果表明,超声波强化作用下以乙醇作为浸提剂,无毒,廉价,提取量高,易回收。适宜的超声提取条件为:超声提取时间 30min、超声频率 20kHz、温度 50℃、乙醇浓度 50%、浸泡时间 2h,浸提液中烟碱量 23.3 mg mL^{-1} 。

超声提取法是在提取过程中进行超声波强化处理,其突出优点是提取时间短、温度低、提取率高。为了避免在进行小剂量提取研究中由于超声强化作用引起溶剂温度迅速升高,导致溶剂挥发以及超声功率不稳定,为此,设计了一套循环水冷却超声提取

装置,利用循环水冷却来控制溶剂的温度,适用于实验室小剂量超声提取工艺研究。

参 考 文 献

[1] 张爱华,陈育如. 烟草废料不同方法浸提烟碱的研究[J]. 生物加工过程,2004,(4):54-56.
[2] 王守庆. 烟碱的应用及提取[J]. 天津化工,1999,(2):16-18.
[3] 杨爱群,黄注传,李友权. 一种综合提取烟碱方法的研究[J]. 烟草科技,1997,(1):27-28.
[4] 康湛莹,张辉. 高纯烟碱提取工艺研究[J]. 化学工程师,1996,(6):15-16.
[5] 赵瑾,王超杰. 低次烟叶的综合开发与利用[J]. 烟草科技,1997,(2):26-27.
[6] 刘本发,向兴凯. 二次萃取蒸馏法从烟草中提取天然烟碱[J]. 精细化工,1998,(1):55-57.
[7] 马震,周东. 静态萃取硫酸烟碱的工艺改进[J]. 云南化工,1997,(4):33-34.
[8] 韩芳然,唐桂林. 用废烟草生产烟碱的工艺条件研究[J]. 现代化工,1995,(6):30-32.
[9] Leslie D, Millen C. Countercurrent extraction of nicotine from tobacco juice [J]. Industrial & engineering chemistry research, 1993,32(12):3056-3060.
[10] 李森兰,郁兆莲. 烟碱提取新方法研究[J]. 精细化工,2004,(6):439-441.
[11] 刘卫国,杨文钰. 三叶木通齐墩果酸的超声提取工艺研究[J]. 中药材,2005,(2):140-141.
[12] 张立杰. 烟碱的快速分析[J]. 湖南化工,1999,(3):43-44.

(上接第 29 页)

1.3.4 测定 在上述规定的色谱操作条件下,待仪器稳定后,先注入数针标样溶液,直至连续两次进样的峰面积相对偏差小于 1%时,则按标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液顺序进样。

1.4 计算

乙羧氟草醚含量的计算:

$$X_1 = (A_1 \cdot W_s \cdot P / A_s \cdot W_1) \times 100\%$$

式中 X_1 :乙羧氟草醚的质量百分含量,%; A_1 :样品中乙羧氟草醚的峰面积; A_s 标准品中乙羧氟草醚的峰面积; W_1 :样品的质量; W_s :标准品的质量; P :标准品的纯度。

2 结果和讨论

(1)方法精密度的测定 对同一试样进行 6 次

测定,其标准偏差为 0.310%,变异系数为 0.407%,方法的重现性好。

(2)回收率的测定 取 5 个乙羧氟草醚样品,分别加入一定量的乙羧氟草醚标准品,在相同的色谱条件下测定,乙羧氟草醚平均回收率为 99.0%,该方法的准确率高。

3 结论

综上所述,本文所确立的液相色谱测定乙羧氟草醚百分含量的是一种快速、准确、可行的分析方法。