

◆ 农药分析 ◆

2-(4-氯苯基)-2-(1-环丙基乙基)-环氧丙烷 高效液相色谱定量分析方法的研究

吴莹, 陈建华, 姚杰

(江苏剑牌农化股份有限公司, 江苏建湖 224700)

摘要: 叙述了采用高效液相色谱法, 以甲醇-水 (V/V, 7/3) 为流动相, C₁₈ 柱和紫外检测器定量分析环丙唑醇的重要中间体 2-(4-氯苯基)-2-(1-环丙基乙基)-环氧丙烷 (简称“环氧”) 的含量。结果表明, 中间体“环氧”的标准偏差为 0.121 2, 变异系数为 0.131%, 平均回收率为 99.53%, 线性相关系数 $r_{\text{环氧}}=0.999 9$ 。

关键词: 2-(4-氯苯基)-2-(1-环丙基乙基)-环氧丙烷; 高效液相色谱; 定量分析

中图分类号: TQ 450.7 **文献标识码:** A **doi:** 10.3969/j.issn.1671-5284.2011.06.008

Quantitative Analysis Method of 2-(4-Chlorophenyl)-2-(1-cyclopropylethyl) oxirane by HPLC

WU Ying, CHEN Jian-hua, YAO Jie

(Jiangsu Sword Agrochemical Co., Ltd., Jiangsu Jianhu 224700, China)

Abstract: The analysis method of 2-(4-chlorophenyl)-2-(1-cyclopropylethyl) oxirane by reverse phase HPLC using methanol and water (V/V, 7/3) as mobile phase, C₁₈ column and ultraviolet detector was described. The results showed the standard deviations of the method was 0.121 2, the coefficient of variation was 0.131%, the average recoveries was 99.53%, the linear correlations was 0.999 9.

Key words: 2-(4-chlorophenyl)-2-(1-cyclopropylethyl) oxirane; HPLC; quantitative analysis

2-(4-氯苯基)-2-(1-环丙基乙基)-环氧丙烷 (简称“环氧”) 是合成环丙唑醇的重要中间体, 结构上它含有两个小三元环, 导致它具有顺反异构体, 因而具有一定的热不稳定性。其定量分析方法尚未见报道, 准确地测定其含量, 对合成环丙唑醇有重要的帮助。本文采用反相高效液相色谱法对其进行分离测定, 经过优化选择, 分析条件达到了理想的要求。该方法简便快捷, 分离完全, 结果重现性好, 是一种实用的中间控制分析方法。

1 试验部分

1.1 仪器

高效液相色谱仪: Waters 2487/Waters 515, 带有紫外检测器, N2000 化学工作站。色谱柱: Waters C₁₈ 150 mm×4.6 mm, 5 μm 不锈钢柱。

1.2 试剂

水: 新蒸二次蒸馏水; 甲醇: 色谱纯; “环氧”标准品: 99% (拜耳公司); 试样: “环氧” (江苏剑牌农化股份有限公司)。

1.3 分析条件

流动相: V(甲醇): V(水)=7:3; 流速: 0.8 mL/min; 柱温: 室温; 检测波长: 222 nm; 进样体积: 5 μL; 顺、反异构体的保留时间分别为 12.1 min 和 13.1 min。上述液相色谱操作条件系典型操作参数, 根据不同仪器特点, 操作参数可作适当调整, 以期获得最佳效果。

1.4 测定步骤

1.4.1 标准溶液的配制

准确称量“环氧”标准品 0.04 g (精确至 0.000 1 g) 于 50mL 容量瓶中, 用甲醇定容至刻度, 摇匀,

收稿日期: 2011-09-08; 修回日期: 2011-09-21

作者简介: 吴莹 (1969—), 女, 江苏省建湖县人, 助理工程师, 主要从事农药分析工作。Tel: 15195521958; E-mail: wuying9308@yahoo.com.cn

为标样溶液备用。

1.4.2 试样溶液的配制

准确称量取试样 0.04 g (精确至 0.000 1 g) 样品于 50 mL 容量瓶中,用甲醇定容至刻度,摇匀,为试样溶液备用。

1.4.3 测定

在上述条件下,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,待相邻两针相对响应值变化 $<1.0\%$,按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序开始进样。“环氧”标样以及样品的高效液相色谱图见图 1、图 2。

1.4.4 计算

按测得两针试样溶液以及试样前后两标液的峰面积进行计算其质量分数 $X(\%)$ 。

$$X = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot P}{A_1 \cdot m_2}$$

式中: A_1 —标样溶液中“环氧”峰面积; A_2 —试样溶液中“环氧”峰面积; m_1 —标样的质量, g; m_2 —试样的质量, g; P —标样的质量分数, %。

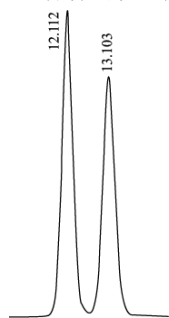


图 1 标样色谱图

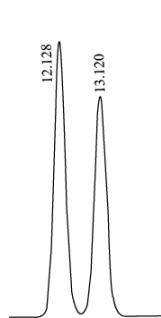


图 2 试样色谱图

2 结果与讨论

2.1 吸收波长的确定

通过在 210 nm~290 nm 波长范围内采用紫外扫描,发现 222 nm 作为检测波长时,“环氧”有较强吸收峰,且无杂质干扰,最终选定 222 nm 作为检测波长。

2.2 流动相的确定

为了确保“环氧”与杂质完全分开,分别选择不同比例的甲醇+水、乙腈+水作为流动相对试样进行分离检测,结果表明,当流动相为 $V(\text{甲醇}):V(\text{水})=7:3$ 时,各组分均能得到理想的分离,且基线平稳,因此选择 $V(\text{甲醇}):V(\text{水})=7:3$ 作为最佳流动相。

2.3 分析方法的线性相关性

分别称取不同质量的“环氧”标样于 5 个 50 mL 容

量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。在规定的液相色谱条件下分别进行测定。以进样质量为横坐标,以峰面积为纵坐标,绘制线性关系曲线(图 3),其线性方程为 $Y_{\text{环氧}}=2\,966\,912 X+125\,671$,相关系数 $r_{\text{环氧}}=0.999\,9$ 。

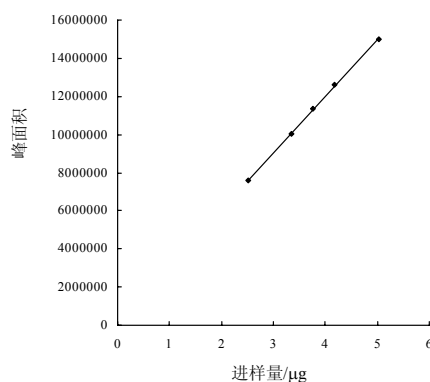


图 3 线性关系曲线

2.4 方法精密度试验

用同一批样品分 5 次称量,采用上述的液相色谱条件进行测定,经统计,该方法测定“环氧”标准偏差为 0.121 2,变异系数为 0.131%(表 1)。结果表明该方法的精密度良好。

表 1 精密度实验结果

成分	测定含量/%					平均值	标准偏差	变异系数/%
	1	2	3	4	5			
“环氧”	92.57	92.42	92.40	92.21	92.50	92.42	0.121 2	0.131

2.5 方法准确度试验

在已知质量分数“环氧”试样中,加入不同量的“环氧”标准品,配成 5 个已知含量的试样,在相同的色谱条件下进行定量分析(表 2),测得“环氧”的平均回收率为 99.53%

表 2 准确度实验结果

序号	加入量(折纯)/mg	实测量(折纯)/mg	回收率/%	平均回收率/%
1	5.0	5.0	100.00	99.53
2	8.3	8.2	98.80	
3	10.5	10.6	100.95	
4	12.1	12.0	99.17	
5	15.6	15.4	98.72	

3 结论

综上所述,用本方法测定环丙唑醇中间体“环氧”的有效成分质量分数,具有快速、准确、简便等特点,且重现性、分离效果均能满足产品检验要求,是一种较为实用的分析方法,适用于生产过程中产品的质量的控制。