

分析与测试

五氯硝基苯原药的高效液相色谱分析

卫震, 崔林燕, 李娜

(山西省应用化学研究院, 山西 太原 030027)

摘要: 建立了五氯硝基苯原药的高效液相色谱分析方法。采用 C_{18} 反相柱, 230 nm 紫外检测器。以甲醇-水[$V(\text{甲醇}):V(\text{水})=90:10$] 为流动相, 流速为 0.8 mL/min。该方法简单、快速、准确, 适用性强, 回收率为 101.31%, 变异系数为 1.63%。

关键词: 五氯硝基苯; 高效液相色谱; 测定

中图分类号: O652.63 文献标识码: A 文章编号: 1004-7050(2009)01-0039-02

引言

五氯硝基苯属保护性杀菌剂, 主要用作土壤和种子处理, 对多种蔬菜的苗期病害及土壤传染的病害有较好的防治效果, 具有高效、低毒、广谱等特点, 是一种前景较好的杀菌剂。目前五氯硝基苯含量测定的国家标准采用气相色谱法^[1,2]。本文主要对五氯硝基苯的高效液相色谱分析方法^[3,4]进行了研究。

1 实验部分

1.1 试剂和溶液

甲醇, 色谱级; 三氯甲烷, 色谱级; 水, 新蒸二次蒸馏水; 五氯硝基苯标样, 已知准确质量分数。

1.2 仪器

高效液相色谱仪: SY-8000 型高效液相色谱仪, 配 SY-8000 色谱工作站(北京分析仪器厂); 超声波清洗器; 针筒式微孔膜过滤器 0.45 μm 。

1.3 高效液相色谱操作条件

色谱柱: inertex C_{18} , 5 μm , 250 mm $\times$ 4.6 mm 不锈钢柱;

柱温: 室温;

流动相: 甲醇-水[$V(\text{甲醇}):V(\text{水})=90:10$];

流速: 0.8 mL/min;

进样量: 20 μL ;

检测波长: 230 nm;

保留时间: 8.38 min。

典型的五氯硝基苯试样高效液相色谱图见图 1。

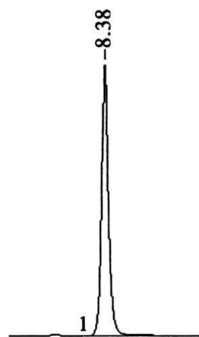


图1 五氯硝基苯高效液相色谱图

1.4 测定方法

1.4.1 标样溶液的配制

称取五氯硝基苯标样 0.05 g (精确至 0.000 2 g) 于 100 mL 容量瓶中, 加入 5 mL 三氯甲烷, 在超声波清洗器中超声处理 5 min, 恢复至室温。再加入甲醇, 定容至刻度, 摇匀。在超声波清洗器中再超声处理 10 min, 使样品完全溶解。用孔径为 0.45 μm 的滤膜过滤, 备用。

1.4.2 试样溶液的配制

将样品充分混匀后, 称取含五氯硝基苯 0.05 g 的试样(精确至 0.000 2 g)于 100 mL 容量瓶中, 加

收稿日期: 2008-11-26

作者简介: 卫震, 男, 1979 年出生, 2004 年毕业于太原理工大学, 学士学位, 现从事化肥农药质检工作。

入 5 mL 三氯甲烷, 在超声波清洗器中超声处理 5 min, 恢复至室温。再加入甲醇, 并定容至刻度, 摇匀。在超声波清洗器中再超声处理 10 min, 使样品完全溶解。用孔径为 0.45 μm 的滤膜过滤, 备用。

1.4.3 测定

在 1.3 操作条件下, 待仪器基线稳定后, 连续注入数针标样溶液, 直至相邻 2 针五氯硝基苯峰面积相对变化小于 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测定。

1.4.4 计算

将测得的 2 针试样溶液以及试样溶液前后 2 针标样溶液中五氯硝基苯的峰面积分别进行平均。试样中五氯硝基苯的质量分数 X_1 按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot w}{A_1 \cdot m_2} \times 100\% \quad (1)$$

式中: X_1 ——试样中五氯硝基苯的质量分数, %;

A_1 ——标样溶液五氯硝基苯峰面积的平均值;

A_2 ——试样溶液五氯硝基苯峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

w ——标样溶液中五氯硝基苯质量分数, %。

2 结果与讨论

2.1 流动相的选择

分别用不同体积比的甲醇-水作为流动相对试样进行分离检测, 发现二者体积比为 90:10 时比较合适, 得到了分离完全、峰形较对称的五氯硝基苯色谱峰。同时, 为了使五氯硝基苯的保留时间适当, 采用 0.8 mL/min 的流速进行分析。

2.2 检测波长的选择

经全波长扫描, 发现在 230 nm 处五氯硝基苯

有较强吸收峰。最终选定 230 nm 作为检测波长。

2.3 分析方法的线性相关性

在 1.3 色谱条件下, 称取不同量的标样进行分析, 得到峰面积相应值。以标样质量浓度为横坐标、以峰面积相应值为纵坐标作直线, 得到五氯硝基苯的线性方程为 $y = 0.4431x - 0.0064$, 相关系数 $r = 0.9999$ 。

2.4 回收率测定

在已知含量的五氯硝基苯试样中加入定量的五氯硝基苯标样, 按 1.3 色谱条件测量其质量分数, 测得五氯硝基苯的回收率在 99.40% ~ 103.26%, 平均回收率为 101.31%。说明该方法准确度好。

2.5 精密度测定

任意选取一样品在上述方法下重复测定 5 次。结果表明, 该方法的标准偏差为 0.3296, 变异系数为 1.63%。说明该方法精密度好。

3 结论

本文提出的五氯硝基苯的高效液相色谱分析方法, 具有较好的线性相关性和较高的准确度、精密度, 并且操作简便快速, 是工业生产过程中进行产品质量检测较理想的分析方法。

参考文献:

- [1] 杨绍宗, 段振世, 兰目龙, 等. HG 2460.1-1993 五氯硝基苯原药[S]. 北京: 化学工业出版社, 1994: 1-4.
- [2] 杨绍宗, 段振世, 兰目龙, 等. HG 2460.2-1993 五氯硝基苯粉剂[S]. 北京: 化学工业出版社, 1994: 5-10.
- [3] 张百臻. 农药分析[M]. 北京: 化学工业出版社, 2005.
- [4] 李岩. 实用高效液相色谱分析[M]. 广州: 广东科技出版社, 1994.

Analysis of quintozone by HPLC

WEI Zhen, CUI Lin-yan, LI Na

(Shanxi Institute of Applied Chemistry, Taiyuan Shanxi 030027, China)

Abstract: A method was developed for analyzing quintozone by HPLC using the C_{18} anti-phase column and UV changeable wavelength detector at 230 nm. The mobile phase was methanol-water (90:10, by vol) and flow rate was 0.8 mL/min. The method was simple, rapid, accurate and practical. The recovery was 101.31%, and the coefficient of variation was 1.63%.

Key words: quintozone; high performance liquid chromatography; determination