

嘧霉胺的高效液相色谱分析

李吉海

宋国江 张明宇

(山东大学化学与化工学院, 济南 250100) (烟台科达化工有限公司, 山东招远 265400)

嘧霉胺, 化学名称: N-(4,6-二甲基嘧啶-2-基)苯胺, 是一种结构新颖的新型杀菌剂。对作物的灰霉病有卓越的防治和铲除作用^[1]。本文采用反相液相色谱法, 以外标法定量测定嘧霉胺的含量。方法简便快速, 定量准确, 结果重现性好。该方法适用于原药和制剂中嘧霉胺的测定。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

仪器: 岛津 10A 液相色谱仪; SPD-10A 紫外可变检测器; CR6A 型数据处理机

试剂: 甲醇: 一级色谱纯; 水: 新制二次蒸馏水, 经 0.45 μm 滤膜过滤

嘧霉胺标样, 已知含量 99.0%

嘧霉胺原药样品(烟台科达化工有限公司提供)

1.2 操作条件

色谱柱: 200mm \times 4.6mm (id) 不锈钢柱, 内填 SPHERIGEL ODS C₁₈

流动相: 甲醇+水=75+25 (v+v); 流量: 1.0ml/min;

检测波长: 270nm; 柱温: 室温; 进样体积: 4 μl 。

1.3 测定步骤

1.3.1 标样溶液的配制

称取嘧霉胺标样约 0.04g (精确至 0.0002g), 置于 100ml 容量瓶中, 加入甲醇, 超声振荡, 定容, 摇匀备用。

1.3.2 试样溶液的配制

称取嘧霉胺试样约 0.04g (精确至 0.0002g), 置于 100ml 容量瓶中, 加入甲醇, 超声振荡, 定容, 摇匀备用。

1.3.3 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测定。

将测得的两针试样溶液以及试样溶液前后两针标样溶液的嘧霉胺的峰面积分别进行平均, 嘧霉胺质量百分含量 X_1 按(1)式计算:

$$X_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times P}{A_1 \times m_2} \quad (1)$$

式中: A_1 为标样溶液中嘧霉胺峰面积的平均值

A_2 为试样溶液中嘧霉胺峰面积的平均值

m_1 为嘧霉胺标样的质量(g)

m_2 为嘧霉胺试样的质量(g)

P 为标样中嘧霉胺的质量百分含量

2 结果和讨论

2.1 溶剂的选择

嘧霉胺在甲醇中有较好的溶解度, 在以甲醇为流动相的条件下, 甲醇是理想的溶剂。

2.2 流动相的选择

在反相色谱条件下, 选择甲醇和水作流动相, 以甲醇为强溶剂, 水为改性剂。经多次筛选, 确定甲醇和水的最佳比例为: 甲醇:水=75:25 (v/v)。这种条件下, 其分离效果较好, 色谱图见图 1。

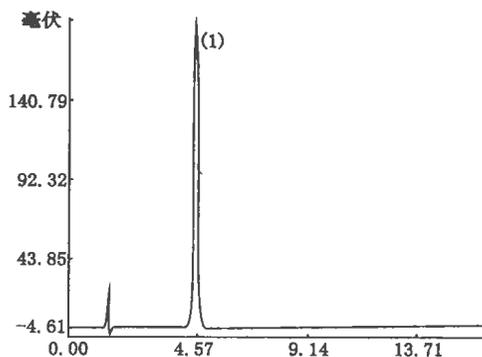


图 1 嘧霉胺的色谱图

2.3 线性关系

分别准确称取嘧霉胺标样配制 0.1、0.2、0.3、0.4 和 0.5mg/ml 五个浓度的溶液, 按照上述色谱条件测定, 所得数据线性关系良好, 回归方程为: $Y = 0.014527 + 0.5810889X$, 线性相关系数, $R = 0.99995$ 。

2.4 分析方法的精密度

称取一定量嘧霉胺样品, 溶解、定容(线性范围内), 在同一色谱条件下, 平行测定多次, 结果证明, 各次偏差较小。标准偏差为 0.01966。

2.5 分析方法的准确度

为证明方法的准确度, 做原药产品的回收率试验。称取一定量的样品, 准确加入不同量的嘧霉胺标样, 测定其含量。计算出的平均回收率为 99.89%。

参考文献

[1] The Pesticide manual. 11th ed, 1977. 1068

Determination of Pyrimethanil by High Performance Liquid Chromatography

Li Jihai et al.

(School of Chemistry and Chemical Engineering, Shandong University, Jinan 250100)

Abstract A method is developed for the determination of pyrimethanil by HPLC. The standard deviation was 0.01966, linear correlation 0.99995 and recovery 99.89%.

Key words: pyrimethanil, HPLC.

收稿日期: 2001. 8. 28