

• 分析与残留 •

氯溴异氰尿酸的高效液相色谱分析方法

慕卫, 潘金菊, 贾蒙鹜, 陈召亮, 张艳峰

(山东农业大学植物保护学院, 山东泰安 271018)

摘要: 介绍了使用反相高效液相色谱法对氯溴异氰尿酸烟剂进行定量分析。HPLC法使用 C_{18} 柱, 以 $V(\text{甲醇}) : V(\text{水}) : V(\text{冰乙酸}) = 15 : 85 : 0.1$ 为流动相, 紫外检测波长 215 nm。方法的变异系数为 0.44%, 回收率在 98%~102% 之间。

关键词: 氯溴异氰尿酸; 高效液相色谱; 分析

中图分类号: TQ 450.7 文献标识码: A 文章编号: 1671-5284(2006)06-0020-02

Determination of Chlorobromoisocyanuric Acid by HPLC

MU Wei, PAN Jin-jü, JIA Meng-ao, CHEN Zhao-liang, ZHANG Yan-feng

(College of Plant Protection, Shandong Agriculture University, Shandong Tai'an 271018, China)

Abstract: The quantitative analytical method was developed for chlorobromoisocyanuric acid by HPLC with C_{18} column, UV 215 nm detection, methanol and water and acetic acid (15+85+0.1) as mobile phase. The results showed that the coefficient of variation was 0.44%. The average recovery was 98% to 102%.

Key words: chlorobromoisocyanuric acid; HPLC; analysis

氯溴异氰尿酸是一种新型、高效、低毒、广谱的杀菌剂, 可用于卫生消毒, 也可用于防治大田、保护地、仓储多种植物细菌性病害。由于氯溴异氰尿酸含有 Br、Cl 取代基, 在酸性条件下会脱落发生氧化还原反应, 因此, 碘量法是目前常规测定方法^[1], 而高效液相色谱法操作简便, 分析结果准确, 因此本文采用高效液相色谱法对氯溴异氰尿酸含量分析方面做了一些探索, 并对两方法的精密度和准确度进行了比较。

1 实验部分

1.1 仪器和试剂

液相色谱仪为 Waters 600 E, 配 PC-800 泵; 486 型可变波长紫外检测器, 配有 CR-6A 数据处理机; 岛津 UV-2201 紫外分析仪。

甲醇 (色谱纯); 水 (二次蒸馏水); 冰乙酸 (分析纯); 氯溴异氰尿酸标样 (含量 $\geq 98.0\%$); 15% 氯溴异氰尿酸烟剂 (河南银田化工有限公司提供)。

1.2 色谱操作条件

色谱柱: 250 mm \times 4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱, 内装 Nova-PaK C_{18} 5 μm 填充物; 流动相: $V(\text{甲醇}) : V(\text{水}) : V(\text{冰乙酸}) = 15 : 85 : 0.1$; 柱温: 室温; 检测波长: 215 nm; 流速: 0.8 mL/min; 进样量: 10 μL 。

1.3 测定步骤

1.3.1 标准溶液的配制

称取氯溴异氰尿酸标准品 50 mg (精确至 0.2 mg) 于 100 mL 的容量瓶中用甲醇稀释, 溶解, 定容。

1.3.2 样品溶液的配制

称取约含氯溴异氰尿酸 50 mg 的烟剂样品于 100 mL 容量瓶中, 加甲醇超声溶解, 放置室温后, 用甲醇定容, 过滤后进样。

2 结果与分析

2.1 波长的选择

通过岛津 UV-2201 紫外分析仪对氯溴异氰尿酸进行全波长扫描发现, 其最大吸收波长约在 215 nm, 故选择此波长作为检测波长 (见图 1)。

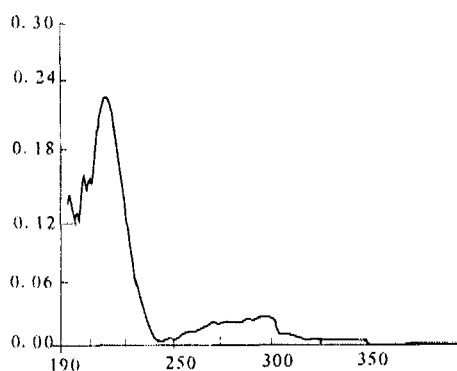


图1 氯溴异氰尿酸紫外光谱图

2.2 流动相的选择

以甲醇+水为流动相时, 色谱峰对称性差, 加入 0.1%冰乙酸后基线平稳, 峰形对称, 且保留时间适中, 约为 5.0 min, 色谱图见图 2。



图2 氯溴异氰尿酸 HPLC 谱图

2.3 HPLC 分析方法的线性关系测定

分别配制浓度为 20、30、40、60、80 和 120 mg/L 的氯溴异氰尿酸溶液, 在上述条件下进样, 以浓度为横坐标, 以测得的响应值为纵坐标, 绘制标准曲线, 得到其线性方程为: $y=68\ 024.5x+40.1287$, 相关系数 $r=0.9995$ 。

2.4 准确度实验结果

为了对 2 种方法进行比较, 分别进行了高效液相色谱法和碘量法的准确度测定。空白试验证明碘量法中空白对有效成份测定无影响。由表 1 数据看出, HPLC 方法和碘量法的添加回收率均为 98%~

102%之间, 添加回收率合格。

表1 HPLC 法和碘量法的准确度测定

方法	编号	添加标准品量/g	实测标准品量/mg	添加回收率/%	平均回收率/%
HPLC 法	1	0.0612	0.0606	99.0	99.8
	2	0.0904	0.0917	101.4	
	3	0.1163	0.1148	98.7	
	4	0.0508	0.0514	101.2	
	5	0.0360	0.0355	98.6	
碘量法	1	0.2053	0.2071	100.9	100.9
	2	0.4334	0.4325	99.8	
	3	0.2023	0.2042	100.9	
	4	0.1735	0.1760	101.4	
	5	0.1736	0.1758	101.3	

2.5 精密度实验结果

从试验数据看, HPLC 法和碘量法 5 次平行测定的变异系数均小于 1%, 两方法均满足 CIPAC 对方法的精密度的要求。

表2 HPLC 方法和碘量法的精密度试验测定结果

方法	编号	测定值/%	平均值/%	标准偏差	变异系数/%
HPLC 法	1	15.51	15.49	0.069	0.44
	2	15.39			
	3	15.58			
	4	15.47			
	5	15.50			
碘量法	1	15.40	15.59	0.134	0.86
	2	15.64			
	3	15.77			
	4	15.56			
	5	15.58			

3 讨论

通过比较可以看出, HPLC 法和碘量法都能满足准确度和精密度的要求, 而 HPLC 法更具有操作简便准确的优点, 因此, 可用于生产厂家对氯溴异氰尿酸产品质量的检测。

参考文献

- [1] 贾蒙馨, 张艳峰, 慕卫. 氯溴异氰尿酸烟剂的快速分析方法 [J]. 精细化工中间体, 2006, 36 (1): 47 - 48.

欢迎投稿 欢迎订阅 欢迎广告惠顾

《现代农药》编辑部

电话: 025 - 86581148

传真: 025 - 86581147

E-mail: agrochem@263.net; agrochem_xdny@163.com