

文章编号:1001-7011(2004)01-0108-02

磺草酮的高效液相色谱分析

孙志忠, 初文毅, 侯艳君, 王玉杰

(黑龙江大学 化学化工学院, 黑龙江 哈尔滨 150080)

摘要:采用反相高效液相色谱法,利用外标法对磺草酮进行了定量分析,该方法的标准偏差为0.42%,变异系数为0.62%,回收率为98%—99.5%,该方法简单、准确。

关键词:磺草酮;液相色谱;定量分析

中图分类号:O657.7 **文献标识码:**A

磺草酮(sulcotrione, 试验代号:ICI A0051, 商品名称:Galleon, Milado)是属于三酮类除草剂^[1]。该除草剂是由捷利康公司在80年代开发的新型玉米田苗后除草剂。现已在美国、欧洲等许多国家获得广泛使用^[2]。由于磺草酮的特殊作用机制,使得它对玉米田的阔叶杂草和禾本科杂草都有良好的防除效果,因此用于防除玉米田阔叶杂草及禾本科杂草的酮类除草剂。它低毒安全,对玉米有极好的安全性,对下茬作物也同样安全,可以单用、混用或连续施用防除玉米田杂草,在正常轮作下对冬麦、大麦、冬油菜、马铃薯、甜菜、豌豆等安全,用途广泛^[3]。目前磺草酮原药合成技术已陆续在我国开发成功,但其原药及加工品的定量分析方法还未建立,已报导的定量分析方法,经多次试验验证重现性及分离效果均不理想^[4]。本文通过对液相色谱条件反复研究,采用外标法建立了磺草酮原药高效液相色谱的定量分析方法。试验结果表明该方法精密、准确、线性关系良好,同时重现性和分离效果较好,是一种简单易行的方法。该方法适用于实验室和工业生产的质量控制。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

仪器:日本岛津LC-10AVP,配紫外检测器。

磺草酮标准品:含量≥98%

甲醇为色谱纯,高纯水(自制)

1.2 液相色谱操作条件

色谱柱:Dikma公司C₁₈柱,5μm,200mm×4.6mm;检测波长:254nm;流动相:甲醇:0.1M磷酸二氢钠三乙胺缓冲液=27:73(V/V);流速:0.8mL·min⁻¹;柱温:室温;进样量:5μL。

0.1M磷酸二氢钠三乙胺缓冲液配制:1000mL高纯水含有15.6g磷酸二氢钠及10mL三乙胺,pH=7.1,超声震荡,混合均匀备用。

2 测定步骤

2.1 标准液的配制

准确称取约20mg标准样品,置于50mL容量瓶中,加甲醇水稀释到刻度,混合均匀。用移液管准确量取2mL,置于50mL容量瓶中,加甲醇水稀释到刻度,混合均匀,备用。

收稿日期:2003-09-24

作者简介:孙志忠(1963-),男,黑龙江哈尔滨人,教授,硕士,哈尔滨工业大学市政环境工程学院博士研究生,主要研究方向:药物合成,药物分析,新药开发等。

2.2 试样溶液的配制

准确称取约 22mg 磺草酮样品, 置于 50mL 容量瓶中, 加甲醇水稀释到刻度, 混合均匀。用移液管准确量取 2mL, 置于 50mL 容量瓶中, 加甲醇水稀释到刻度, 混合均匀, 备用。

2.3 测定方法

在上述色谱条件下, 待仪器按要求条件稳定后, 连续进数针标准溶液, 计算各针相对响应值的重复性, 当相邻两针的响应值变化小于 1% 时, 按下列顺序进样: 标准溶液, 样品溶液, 样品溶液, 标准溶液, 磺草酮的色谱图见图 1。采用外标法对样品进行定量分析, 按下式计算样品含量:

$$X = A_1 \times W_2 \times P / A_2 \times W$$

其中: X : 为待测样品的百分含量

A_1 : 为样品峰面积的平均值

A_2 : 为标准品峰面积的平均值

W_1 : 为样品的质量

W_2 : 为标准品的质量

P : 为标准品的含量

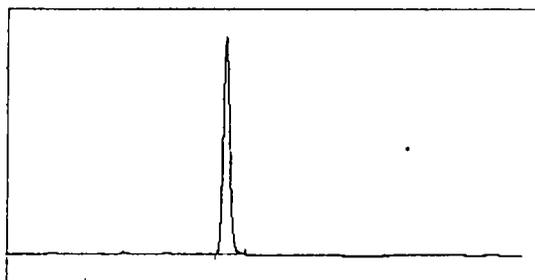


图 1 磺草酮标样液相色谱图

Fig 1. HPLC of Sulcotrione Standard Sample

3 结果与讨论

3.1 色谱条件的确定

根据文献报道^[4]的分析方法, 经过多次实验对比筛选, 确定了色谱柱、检测波长、流动相组成及配比、流速等条件, 在此条件下磺草酮具有良好的分离效果, 且重现性好, 能快速、准确地进行定量分析, 结果见图 1。

3.2 线性关系的测定

取上述标准溶液, 在上述试验测定条件下, 分别取 2, 4, 5, 6, 8 μ L 依次进样, 以峰面积为纵坐标, 进样量(体积)为横坐标作图, 得相应的标准曲线图, 如图 2。

磺草酮的线性回归方程为: $y = 78956x + 863.65$, 相关系数为 $r = 0.9999$ 。

3.3 方法精密度试验

在上述测定条件下, 对同一标样重复测定 10 次, 其标准偏差为 0.42%, 变异系数为 0.62%。

3.4 方法准确度试验

用已知含量的试样与标准样品配成不同含量的试样, 然后在上述色谱条件下测定, 其回收率为 98%—99.5%。

4 结 论

通过对不同色谱条件下的对比试验, 确定本文所采用的方法线性关系良好, 有较高的精密度和准确度, 方法简便、准确, 且重现性和分离效果好, 适用于磺草酮的工业化生产控制。

参考文献:

- [1] 苏少泉. HPPD—开发除草剂新品种的新靶标[J]. 农药, 2000, 39(5): 4—7.
- [2] 郭 胜, 杨福民, 张 林. 除草剂磺草酮的合成[J]. 农药, 2001, 40(7): 20—22.
- [3] 刘长令. 世界农药大全[M]. 北京: 化学工业出版社, 2002. 11, 110.
- [4] 姜 欣, 洪 忠. 磺草酮的液相色谱分析[J]. 农药, 2001, 40(7): 26—28.

(下转第 113 页)

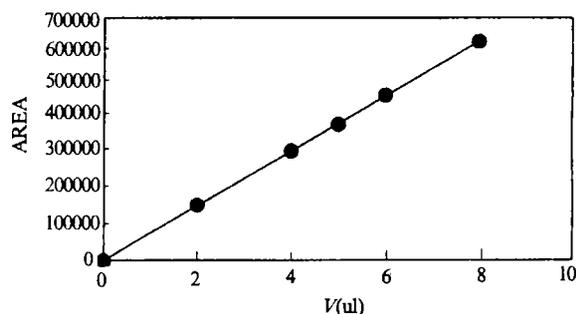


图 2 磺草酮液相色谱标准曲线图

Fig 2. HPLC Calibration Curve of Sulcotrione

4 结 论

(1) 以硝酸镁和聚乙二醇为反应体系, 采用均匀沉淀法, 制备氧化镁超细粉体的较佳制备工艺条件: Mg^{2+}/PEG 质量比约 0.3:1 ~ 0.4:1, 水浴温度 50 °C, pH 值约 9.5, 反应时间 1.5h, 80 °C 干燥, 500 °C 下烧结 1.5h。

(2) 表面活性剂的加入, 不仅可以使粉体粒径减小, 而且可以降低烧结温度, 尤其是对氧化镁粒子择优晶化取向起着重要作用。

(3) XRD 和 AFM 表明, 所制备的氧化镁超微粒子是立方晶系, 只有 (2 0 0) 和 (2 2 0) 两组晶面衍射峰, 其粒子呈准三角形, 粒子大小均匀, 晶粒尺寸约为 12nm, 且粉体的比表面积为 $78.02g \cdot m^{-2}$ 。

参考文献:

- [1] 汪国忠, 程素芳, 何国良, 等. 纳米级氧化镁粉体的合成[J]. 合成化学, 1996, 4(4):300-303.
- [2] 王志奎, 杨荣榛. 超细粉体氧化镁的合成[J]. 功能材料, 1999, 30(5):557-558.
- [3] ZENGR J. Particle-particle interaction in processing of alumina ceramics[D]. Leeds: Leeds Univ, 1993. 121-124.
- [4] 廖莉玲, 刘吉平. 固相法合成纳米氧化镁[J]. 精细化工, 2001, 18(12):696-698.
- [5] 朱先亚, 曾人杰, 刘新锦, 等. MgO 纳米粉制备及表征[J]. 厦门大学学报, 2001, 40(6):1256-1259.
- [6] 张近. 纳米氧化镁合成工艺研究[J]. 无机盐工业, 1999, 31(2):3-5.
- [7] 张近. 超细粉体氧化镁的合成[J]. 化学工程, 1999, 27(2):34-36.
- [8] MACKENZIE J D, XU YUHUAN. Electrical and Optical Properties of MgO Thin Film Prepared by Sol-Gel Technique[J]. Journal of Sol-Gel Science and Technology, 1997,(9):295-301.

Preparation and characterization of magnesium oxide ultra-thin particles

ZHU Zhi-biao, SUN Li-ping, FAN Nai-ying, CHENG Xiao-li, GAO Shan, HUO Li-hua
(College of Chemistry and Chemical Engineering, Heilongjiang University, Harbin 150080, China)

Abstract: Magnesium oxide ultra-thin particles were prepared by homogenous precipitation technique, using $Mg(NO_3)_2$ as the raw materials. The effect of some experimental conditions were discussed in detail, including the surfactant concentration, pH value and sintering time etc. The products were characterized by XRD, AFM, IR and DTA methods. The results indicate that the MgO crystallized in a cubic halite form with (200) and (220) preferential orientation. The mean particle size and the specific area are about 12nm and $78.02g \cdot m^{-2}$ respectively.

Key words: MgO; ultra-thin particle; characterization

(上接第 109 页)

HPLC determination of sulcotrione

SUN Zhi-zhong, CHU Wen-yi, HOU Yan-jun, WANG Yu-jie

(College of Chemistry and Chemical Engineering, Heilongjiang University, Harbin 150080 China)

Abstract: A RP-HPLC absolute calibration-curve method for the determination of sulcotrione was established. The result show that the standard deviation, variation coefficient and recovery are 0.42%, 0.62%, 98-99.5%, respectively. The method is simple and accurate.

Key words: sulcotrione; HPLC; determination