

# 赤霉素和6-苄氨基嘌呤混合物的色谱分析方法

曾芸<sup>a</sup>, 魏敏<sup>b</sup>, 侯勇<sup>b</sup>

(四川省农科院 a. 兰月科技开发公司 b. 生物技术核技术研究所, 成都 610041)

**摘要** 采用C18不锈钢柱,以甲醇-水-磷酸为流动相,对赤霉素和6-苄氨基嘌呤的混合物能同时进行定量分析。该分析方法的标准偏差分别为0.022 9、0.023 5;变异系数分别为2.160 4%、2.196 3%;平均回收率分别为99.57%、99.28%。

**关键词** 高效液相色谱法;赤霉素;6-苄氨基嘌呤;分析

中图分类号:TQ450.7 文献标志码:A 文章编号:1006-0413(2007)12-0830-02

## Quantitative Analysis of Mixture for Gibberellic Acid and 6-Benzylaminopurine by HPLC

ZENG Yun<sup>a</sup>, WEI Min<sup>b</sup>, HOU Yong<sup>b</sup>

(Sichuan Academy of Agricultural Sciences a.Lanyue Scientific & Technological Development Corp;

b.Institute of Biological & Nuclear Technology, Chengdu 610041, China)

**Abstract:** Quantitative analysis of mixture for gibberellic acid and 6-benzylaminopurine was conducted at the same time by using C18 column and methanol-water as mobile phase. The standard deviation of gibberellic acid and 6-benzylaminopurine were 0.0229 and 0.0235. The coefficient of variation of them were 2.1604% and 2.1963%. Average recovery of them were 99.57% and 99.28%, respectively.

**Key words:** HPLC; gibberellic acid; 6-benzylaminopurine; analysis

赤霉素(GA<sub>3</sub>)和6-苄氨基嘌呤(6-BA)是一种广谱植物生长调节剂,可显著促进柑桔保花保果及幼果生长,打破再生芽休眠等<sup>[1-4]</sup>,其复配制剂在农业生产上有着广泛的应用。对于这两种物质单剂的测定已有报道<sup>[5-8]</sup>,采用电化学法、紫外分光光度法和荧光光谱法都不适用于混配制剂的测定,而分别采用赤霉素<sup>[5]</sup>和6-苄氨基嘌呤<sup>[6]</sup>单剂的HPLC方法用于混配制剂的检测,不能得到很好的分离。对于这两种调节剂的混配制剂进行同时检测的方法未见报道。我们通过多次试验找到一种能对该混配制剂进行同柱同条件检测的HPLC方法,该法简便易行,准确可靠,可降低检测成本,节省分析时间,适于生产质量控制。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器

高效液相色谱仪P-3000(北京创新通恒公司)配有UV2000可变波长紫外分光检测器及TJ2000色谱工作站,DS型超声波清洗器(天津东康科技有限公司)。

### 1.2 试剂

赤霉素:已知纯度 98.0% 6-苄氨基嘌呤:已知纯度 98.0%,甲醇:HPLC级,去离子水。

### 1.3 色谱条件

色谱柱 250 mm×4.6 mm (i.d.)不锈钢柱,内填Kromasil C18(5 μm) 流动相:甲醇-水-磷酸(体积比为40:60:0.15);流量 0.8 mL/min 检测波长 210 nm 手动定体积进样器 20 μL 柱温:室温。

### 1.4 赤霉素和6-苄氨基嘌呤标准溶液配制

称取标样赤霉素和6-苄氨基嘌呤各0.05 g(准确至0.0001 g)于两个100 mL容量瓶中,用甲醇超声溶解后再定容,各吸出2.0 mL于同一个25 mL容量瓶中,流动相稀释至刻度,摇匀、备用。

### 1.5 样品溶液配制

称取2%赤霉素和6-苄氨基嘌呤(质量比为1:1,下同)样品0.1 g(准确至0.0001 g)于25 mL容量瓶中,流动相溶解并稀释至刻度,摇匀。必要时过滤。

### 1.6 测试

按1.3分析条件,待仪器基线稳定后,连续注入数针标准样品,待相邻两针标准样峰面积之差小于1.5%时,按标样、样品、样品、标样顺序进行测定,保留时间:6-苄氨基嘌呤8.74 min 赤霉素11.18 min。

以两次平行测定的平均值用外标法进行定量。计算公

收稿日期 2007-05-14 修返日期 2007-06-12

作者简介:曾芸(1974-),女,四川自贡人,四川轻化工学院,主要从事质检工作。

通讯作者:魏敏(1967-) 副研究员。Tel: 028-85320009, E-mail: minwei@126.com。

式为:

$$X(\%) = \frac{M_1 \cdot P \cdot A_2}{M_2 \cdot A_1 \cdot n} \times 100$$

式中: X为待测组分质量分数

$M_1$ 为标准品质量(g)

$M_2$ 为试样质量(g)

$A_1$ 为标准品峰面积

$A_2$ 为待测组分峰面积

P为标准品质量分数(%)

n为稀释倍数

所得赤霉素和6-苄氨基嘌呤分离谱图见图1。

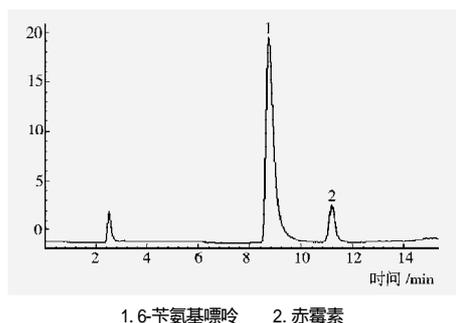


图1 赤霉素和6-苄氨基嘌呤色谱图

### 1.7 允许差

两次平行结果之差应不大于0.2% 取其算术平均值作为测定结果。

## 2 结果与讨论

### 2.1 赤霉素和6-苄氨基嘌呤检测波长的选择

对混配制剂组分的检测 选择一个合适的检测波长是极其重要的。对于赤霉素 国家标准<sup>[5]</sup>已规定为210 nm。对6-苄氨基嘌呤 据文献报道<sup>[6,8]</sup>选择的是267或275 nm。我们分别选择210、220、230、240、254、267、275 nm进行实际测量 根据谱峰高度(面积)进行直观评价。结果发现 随着波长值的增加 赤霉素峰高减小 在254、267、275 nm时 谱峰已基本消失 6-苄氨基嘌呤则随着波长值的减小而峰高减小 到210 nm时仍有极强的信号。综合以上情况 最终选定210 nm为混配制剂组分的共同检测波长。

### 2.2 方法的线性实验

分别移取1.4所制备的标准溶液各1.0、2.0、3.0、4.0、6.0、8.0、10.0 mL于7只25 mL容量瓶中 流动相定容。按

1.3色谱条件进行测定 以峰面积为纵坐标 样品量为横坐标 得到赤霉素的线性回归方程为 $y=447.5x+993.1$  相关系数 $r=0.999732$  6-苄氨基嘌呤的线性回归方程为 $y=20020x+134000$  相关系数 $r=0.999728$ 。

### 2.3 方法的精密度实验

从同一个2%赤霉素和6-苄氨基嘌呤(1+1)混配制剂中称取5个试样 按上述的色谱操作条件进行测定 得赤霉素的标准偏差为0.0229 变异系数为2.1604% 6-苄氨基嘌呤的标准偏差为0.0235 变异系数为2.1963%。精密度完全能满足定量分析要求。

### 2.4 回收率实验

在已测定的2%赤霉素和6-苄氨基嘌呤混配制剂中加入已知量的赤霉素和6-苄氨基嘌呤标准品 在上述色谱条件下测定各组分的含量 平行测定5次 计算回收率。赤霉素和6-苄氨基嘌呤的平均回收率分别为99.57%、99.28%。

## 3 小结

本文提出的分析方法对2%赤霉素和6-苄氨基嘌呤能同时进行测定分析。方法操作简单、快速 分离效果理想 精密度好 准确度高 完全能保证对样品的准确测定。是进行产品质量检测较理想的分析方法。

### 参考文献:

- [1] 张平, 郝建军, 于洋, 等. GA<sub>3</sub>与6-BA复合剂对黄瓜产量的影响[J]. 沈阳农业大学学报, 2003, 34(6): 415-418.
- [2] 张社南, 赵小龙. 细胞分裂素、赤霉素和芸苔素内酯对钮荷乐脐橙坐果和品质影响的试验初报[J]. 广西园艺, 2004, 15(6): 23-25.
- [3] 张桂莲, 屠乃美, 张顺堂, 等. 喷施赤霉素和细胞分裂素对再生稻腋芽萌发和产量的影响[J]. 耕作与栽培, 2004, (5): 260.
- [4] 张桂芬. 不同浓度赤霉素和6-BA对香椿芽萌发及产量的影响[J]. 甘肃农业, 2005, (10): 181.
- [5] 全国农药标准化技术委员会. GB 15955-1995. 赤霉素原药[S]. 北京: 中国标准出版社, 2000.
- [6] 李小平, 陈晓虹, 姚浔平, 等. HPLC法测定豆芽中6-苄氨基嘌呤残留研究[J]. 中国卫生检验杂志, 2005, (2): 149.
- [7] 王瑞侠, 刘四运, 严永新, 等. 电化学法测定6-苄氨基嘌呤的含量[J]. 安庆师范学院学报(自然科学版), 2005, (3): 63-66.
- [8] 吴增如, 李长荣. 紫外分光光度法测定6-苄氨基嘌呤的含量[J]. 中国农业大学学报, 1998, 3(3): 87-89.
- [9] 唐红芳, 毛丽珍. 薄层层析-荧光光谱法测定柑桔中赤霉素残留量[J]. 农药, 1996, 35(6): 32-33.

责任编辑:夏彩云

## 拜耳的Infini to获杀菌剂奖

拜耳作物科学公司开发的杀菌剂Infini to(fluopicolide+propamocarb-Hel)今年5月在意大利波伦亚城市召开的马铃薯杀菌剂研讨会上获得最佳结合速率奖。负责人说:Infini to对马铃薯晚疫病表现出很高的防治水平。此产品对蔬菜上的霜霉病也有较好的效果 它已在中国和主要的欧洲市场如英国、德国、奥地利、波兰商品化。并于2007年在荷兰马铃薯上获得登记。今年该公司计划将以fluopicolide为基质的产品推向哥伦比亚和印度尼西亚市场。(ZP)