

文章编号: 1006-7329(1999)05-0103-03

高效液相色谱法测定二氯喹啉酸

103-105

蒙若兰¹ 胡德斌²

[652.63]

(1. 重庆建筑大学 测试中心 400045; 2. 重庆师范高等专科学校 400030)

摘要 应用反相离子对高效液相色谱法对二氯喹啉酸原药进行了定量测定, 获得满意结果, 方法的标准偏差是 0.31, 变异系数为 0.38, 回收率为 99.11% ~ 102.6%。

关键词 高效液相色谱; 反相离子对; 二氯喹啉酸

中图分类号 O652.63

文献标识码 A

二氯喹啉酸(3,7-二氯喹啉-8-羧酸)是一种新型化学特效除草剂, 它可有效地防止稗草、雨花、鸭舌草、茨藻等杂草的生长。此除草剂熔点高、蒸汽压低、酸度大、气相色谱难以测定, 而反相液相色谱又不能将主要成分与杂质分离, 往往引起测定含量偏高。我们参考了反相液相色谱酸抑制技术测定二氯喹啉酸, 采用高效液相色谱法^[1], 其特点是在过程中加入了正四丁基溴化铵离子对试剂, 由于二氯喹啉酸分子中含有羧基, 流动相中的离子对试剂能与其溶质离子结合成极性弱的离子对, 该离子对不易在水中离解而迅速转入有机相, 同时溶质分子中又含紫外吸收性极强的喹啉环, 故采用高灵敏度的紫外检测仪进行检测。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

仪器: Waters HPLC 仪 510 泵, 486 μ v 可变波长检测器;

试剂: 甲醇 - 分析纯、重蒸、过滤; 水 - 重蒸去离子水; 正四丁基溴化铵 - 分析纯。

1.2 HPLC 条件

色谱柱: YWGC₁₈ 250 \times 4 mmid;

流动相: 甲醇: 水(0.005 M 正四丁基溴化铵, 磷酸调 pH 为 6.2) = 35: 65;

流速: 2.0 mL/min;

检测: UV240 nm, 0.2 Aups。

1.3 标样及样品制备

由于二氯喹啉酸在水中、及有机溶剂中溶介度的不同, 本测试制备的标样和样品采用乙醇溶介并定容。

2 实验结果

2.1 方法的线性关系

分别配制含二氯喹啉酸 10.10; 20.20; 30.29; 40.39; 60.59 mg/mL 的标准系列溶液, 各进样 20 mL, 以峰高对含量作图, 得到一条线性相关的直线, 其线性方程如下:

$$Y = 5.399x - 0.296$$

其相关系数: $r = 0.9996$

收稿日期: 1999-01-22

作者简介: 蒙若兰(1945-), 女, 重庆人, 工程师, 重庆建筑大学, 主要从事环境材料现代仪器化学分析研究。

2.2 精密度测定

采用本方法对二氯喹啉酸样品平行测定 5 次,其标准偏差为 0.31,变异系数 0.38%,表明本方法具有良好重现性,测试数据见表 1。

表 1 二氯喹啉酸的测定结果

测定次数	测定含量(%)	平均含量(%)	标准偏差	变异系数(%)
1	81.40			
2	82.40			
3	81.33	81.55	0.31	0.38
4	81.68			
5	81.31			

2.3 准确度的测定

在已知含量的二氯喹啉酸样品中加入一定量的二氯喹啉酸纯品(含量 99%)测定其回收率。其平均回收率为 101%,变异系数为 1.28%,表明本方法具有较高的准确性,测试数据见表 2。

表 2 二氯喹啉酸样品添加标准品回收实验

样品中含量(g)	加入标准量(μg)	理论回收量(μg)	测定回收量(μg)	回收率(%)	平均回收率(%)
23.60	5.05	28.65	29.40	102.61	
23.60	10.10	33.70	33.40	99.11	
23.60	15.14	38.74	39.12	100.97	101.00
23.60	20.20	43.80	44.51	101.62	
23.60	30.30	53.90	54.23	100.71	

3 实验结果讨论

3.1 由于二氯喹啉酸极性较大,用反相色谱(甲醇:水作流动相)测定时,它在柱上没有保留,因而导致测量结果偏高。采用反相离子对色谱能使它在柱上有一定保留,在甲醇:水(0.005mol/L 正四丁基溴化铵, pH = 6.2) = 35:65 时二氯喹啉酸与杂质达到基线分离,并得到对称主峰(图 1)。

3.2 pH 值的影响

在使用正四丁基溴化铵为配对离子的流动相中, pH = 5 时,出现峰拖尾现象;而当 pH = 7 时又出现伸舌头峰;当 pH = 6.2 时,峰形得以显著改善。

3.3 检测波长的选择

以二氯喹啉酸的紫外吸收图看,其最大吸收在 225 nm,本文选择检测波长为 240 nm,既能避开本底过高,又能求得高效灵敏度。

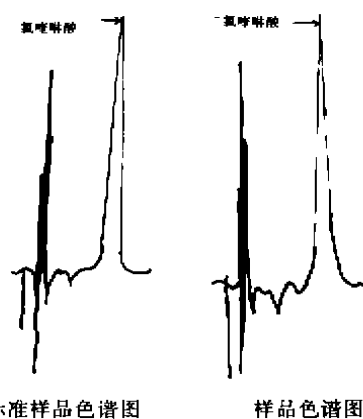


图 1 二氯喹啉酸标准样品与样品色谱图

参考文献

- [1] 金恒亮. 高压液相色谱法[M]. 北京:原子能出版社,1987:129~138

Determination of Quinciorac by High Performance Liquid Chromatography

MENG Ruo-lan¹ HU De-bin²

(1. Testing Centre of Chongqing Jianzhu University, 400045 China; 2. Department of Chemistry Chongqing Normal Teachers College, Chongqing 402168 China)

Abstract The determination method of quinciorac by reversed phase ions-pair HPLC was reported. It is shown that the standard deviation, coefficient of variation were 0.31, 0.38% respectively and the recovery reached 99.11% ~ 102.61%.

Key Words HPLC; reversed phase ions-pair; quinciorac

(上接第 79 页)

Arbitrary Curve - Based Methods in Ground Attributive Modelling

FENG Xiao¹ LIU Xiao-li²

(1. Chongqing College of Transportations, 400074, China; 2. Chongqing Jianzhu University, 400045, China)

Abstract The basic concepts of ground attributes and Synthetic Digital Terrain Model (SDTM) are introduced. An highly adaptable on-site realtime modeling method and on algorithms based arbitrary curves are suggested. The application of this method in high grade highway survey are introduced.

Key Words Digital Terrain Model (DTM); ground surface attributive area; road CAD