

# 高效液相色谱法测定喷多收中的芸苔素内酯

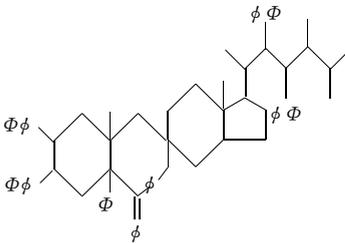
黄士忠 牛成玉 王继军

o 农业部环境保护科研监测所, 天津  $z\tau\alpha\omega Z\alpha p$

**摘 要** 报道了喷多收中芸苔素内酯的测定方法, 样品中加入适量的苯硼酸, 用乙酸乙酯溶解, 在  $E\kappa\upsilon$  °C 水浴上反应  $\omega\upsilon B\phi$ 。于高效液相色谱紫外检测器  $\theta$  灵敏度  $H\theta E\beta Ts p$   $\omega\kappa\kappa\gamma\kappa$  在波长  $\gamma\gamma\gamma^2\gamma^1$  测定, 该方法对芸苔素内酯在  $\omega\alpha\Gamma^1\upsilon\upsilon\upsilon - \omega\alpha Z^1\upsilon\upsilon\upsilon$  水平上添加的回收率为  $Z\Delta\alpha Z\% - x\tau\alpha\upsilon E\gamma\%$ , 平均变异系数为  $x\upsilon\gamma\%$ 。

**关键词** 喷多收 芸苔素内酯 高效液相色谱仪 苯硼酸

芸苔素内酯  $o O\theta\gamma^1\gamma^2\gamma^3\gamma^0\chi\theta\sigma p^{\theta\gamma\kappa}$ , 化学名称为  $p\gamma\gamma\theta, \gamma z\theta, \gamma A\theta p - \gamma\alpha, z\alpha, \gamma\gamma, \gamma z$  - 四羟基 - O - 均相 -  $\Delta$  - 氧杂 - BA - 麦角甾烷 -  $\Gamma$  - 酮。原药为白色结晶粉, 熔点  $\gamma B\Gamma - \gamma BE$  °C, 水中溶解度为  $B^1\upsilon\upsilon\theta$ , 溶于甲醇、乙醇、丙酮等多种有机溶剂。是甾醇类植物生长调节剂, 它对极大多数农作物有较为明显的增产作用  $\theta\gamma^z\kappa$ 。其结构式为  $H$



为了保证和控制“喷多收”的产品质量, 我们建立了测定“喷多收”中芸苔素内酯含量的高效液相色谱法。该方法将含芸苔素内酯的“喷多收”样品浓缩近干, 加入一定量的苯硼酸, 用乙酸乙酯溶解, 在  $E\kappa\upsilon$  °C 水浴上进行衍生, 定容后以甲醇+水为流动相, 使用以  $B\mu^1$  的  $\Pi_{LE}$  为填料的不锈钢柱和紫外检测器, 对样品中的芸苔素内酯进行高效液相色谱测定。

## x 实验部分

### $x\tau\alpha$ 仪器与试剂

高效液相色谱仪,  $\delta\xi^8\sigma^6 B\tau\omega$  型

$o \Phi\theta\theta\Pi p$ , 配紫外吸收检测器  $\theta\gamma\gamma\gamma^2\gamma^1 p$ , 色谱数据处理机; 恒温水浴锅  $o\tau\alpha\omega\pm\gamma$  °C; 旋转蒸发器  $\eta T\kappa\upsilon z$  型  $p$ 。

甲醇  $\theta$  分析纯  $p$ ; 乙酸乙酯  $\theta$  分析纯  $p$ ; 苯硼酸  $\theta$  分析纯, 进口  $p$ ; 二次蒸馏水; 芸苔素内酯标准品  $\theta$  日本进口  $p$  已知含量  $Z\gamma\%$ 。

### $x\upsilon\gamma$ 色谱条件

色谱柱  $H$  不锈钢柱  $\gamma B\omega^1\gamma^1 \times A\iota\Gamma^1\gamma^1$   $o\chi\rho p$ , 内装  $\Pi_{LE}, B\mu^1 \theta$  流动相  $H$  甲醇: 水  $o Z\omega$ :  $x\omega s \gamma v \gamma p$ , 流量  $H\gamma^1\theta v^1\chi^2$ ; 柱温  $H\Delta$  °C; 检测波长  $\gamma\gamma\gamma^2\gamma^1$ ; 灵敏度  $H\omega\kappa\gamma E\beta Ts$ 。

### $x\omega$ 样品处理

$x\tau\alpha\omega$  准确称取  $\gamma B\kappa\omega^1\upsilon\theta$  精确至  $\omega\kappa\alpha\alpha\upsilon p$  芸苔素内酯标准品, 加入  $x\tau\alpha\omega^1\upsilon$  苯硼  $\theta$  样品; 苯硼酸  $K\gamma\upsilon B$ :  $x\omega\phi$  用乙酸乙酯溶解, 于  $E\kappa\upsilon$  °C 水浴反应  $\omega\upsilon B\phi$ , 配制成浓度  $x^1\upsilon\upsilon^1\theta$  的标准溶液。

$x\tau\alpha\upsilon\gamma$  准确吸取  $\gamma\omega\kappa\gamma\%$  芸苔水剂  $\gamma B^1\theta s$  浓缩近干  $\theta$  按估计  $\gamma\omega\kappa\gamma\%$  芸苔水剂中芸苔素内酯含量: 苯硼酸  $K\gamma\upsilon B$ :  $x\omega\phi$ , 反应条件同标样, 然后用甲醇配制成一定容量的样品溶液, 摇匀待测。

$x\tau\alpha\omega$  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, 当两针标样峰面积之差小于  $x\iota B\%$  时, 按照标样、试样、标样的顺序进行测定。

### xΔ 计 算

将测得的两针试样溶液及试样前后两针标样中芸苔素内酯的平均值,用外标法定量。

oxp 式计算试样中芸苔素内酯的质量百分含量<sup>2</sup> xp

$$2 \text{ } x K \frac{\Xi_y \times I_x \times \phi}{\Xi_x \times I_y}$$

式中HΞy——样品中芸苔素内酯的峰面积, I 1 y; I x——标样的质量,ν; φ——标样中芸苔素内酯的百分含量;Ξx——标样中芸苔素内酯的峰面积, I 1 y; I y——试样质量,ν。

### y 结果与讨论

#### yia 标准曲线

准确吸取芸苔素内酯标准溶液x 1 v 1 θp ωyB,ωiBω,x ωv,y iB,Bωv 1 θ,用乙酸乙酯定容至Bωv 1 θ,在上述色谱条件下,每个浓度进同体积的标准溶液。峰面积对浓度作图。其线性回归方程为H ζ K ωiBωEε + o -ωiεZΓp, 6 KωiZZZE。液相色谱图见图x。

#### yiy 方法的准确和精密度

yiyw 方法准确度 准确称取已知含量的α-萘乙酸和芸苔素内酯标样及有关溶剂、助剂等添加配制成B个不同含量的水剂,按上述的方法测定其芸苔素内酯,结果见表x。

yiyiy 精密度 从yxy%萘、芸水剂中,任取

表x 芸苔素内酯准确度数据

样品编号	芸苔素内酯			
	添加值 o %p	测出值 o %p	绝对误差 o %p	回收率 o %p
x	ωiεΓB	ωiεΓE	-ωiεε	xix iEy
y	ωiεΔy	ωiεΓΔ	ωiεαB	ZΔiεZ
z	ωiεΔB	ωiεΔy	ωiεε	ZEiyZ
A	ωiεEz	ωiεEx	ωiεαy	ZEiZx
B	ωiεZy	ωiεZB	-ωiεε	xix iBΓ

表y yxy%萘芸水剂中芸苔素内酯的精密度数据

取样次数	芸苔素内酯			
	测定值 o %p	偏差 o %p	标准偏差 o %p	变异系数 o %p
x	ωiεωy	-ωiεαy		
y	ωiεZZ	ωiεαx		
z	ωiεZE	ωiεαy		
A	ωiεZΓ	ωiεαA		
B	ωiεωx	-ωiεαx	x iyz	x iyz
Γ	ωiεZE	ωiεαy		
Δ	ωiεωz	-ωiεαz		
E	ωiεZΔ	ωiεαz		
Z	ωiεωy	-ωiεαy		
xw	ωiεωω	ωiεαω		

一批产品中xw个试样,也按上述方法测定,结果见表y。

从表x可见,萘、芸水剂的添加回收率试验结果的变化范围在ZΔiεZ% -xix iEy%;表y,yxy%萘、芸水剂产品xw次测定的变异系数为x iyz%,由此可表明该方法的准确度和精密度符合规范要求,适用于对芸苔素内酯的实验室分析。

### 参 考 文 献

- x 王焕民等 u 新编农药手册 u 北京H农业出版社,xZEZH Γx B-ΓxΓ
- y 赵毓橘等 u 大自然探索,xZETΘB,xAp Hxz
- z 李 良等 u 农药,xZZε Θx y,xp Hw

### 作者简介

黄土忠,研究员,主要从事农药环境化学及环境毒理学研究。在农药污染防治和生态影响、农药环境化学分析、农药安全使用准则及农药残留分析标准化等方面进行了yw多年的研究工作。研究成果获国家、省部级科技进步奖xx项,发表论文Δv余篇,出版专著E部。

图x 芸苔素内酯衍生物色谱图