

草铵膦质量分数的测定—高效液相色谱法

裴波

(安徽皖仪科技股份有限公司, 安徽省合肥市, 230088)

摘要: 本次实验旨在利用高效液相色谱法测试草铵膦水剂中草铵膦的质量分数。

关键词: 离子色谱法; 检测方法; 羧甲淀粉钠

1 检测方法

本次实验旨在利用高效液相色谱法测试草铵膦水剂中草铵膦的质量分数。

2 实验过程记录及结果

2.1 试剂和材料

2.1.1 草铵膦原药 (客户提供), 95%;

2.1.2 草铵膦水剂 (客户提供);

2.1.3 磷酸二氢钾, 分析纯;

2.1.4 磷酸, 分析纯;

2.1.4 超纯水;

2.1.5 容量瓶, 50mL。

2.2 仪器设备

2.2.1 高效液相色谱仪 (四元低压梯度泵);

2.2.2 超声波清洗器;

2.2.3 万分之一电子天平。

2.3 样品测试过程及结果

2.3.1 色谱条件及仪器配置

仪器配置

仪器名称	型号
四元低压梯度泵	P3200Q
自动进样器	AS3200
柱温箱	CT3200
二极管阵列检测器	DAD3200

色谱条件

色谱柱	强阴离子交换柱, 4.6×250mm, 5μm		
流动相	磷酸二氢钾/磷酸缓冲液	流速	1.0 mL/min
进样量	20 μl	柱温	25°C
检测器	DAD	检测波长	195 nm

2.3.2 前处理

※标样溶液的制备

准确称取草铵膦标样约 0.1g (精确至 0.0002g) 于 50mL 容量瓶中, 以流动相超声溶解并稀释至刻度, 摇匀备用。

※试样溶液的制备

称取试样约 0.5g (精确至 0.0002g) 于 50mL 容量瓶中, 以流动相超声溶解并稀释至刻度, 摇匀后经微孔过滤膜过滤, 收集滤液, 待测。

2.3.3 草铵膦测试谱图及结果

说明: 测试方法为在上述液相色谱条件下, 待仪器基线稳定后, 连续注入数针标样溶液, 计算各针相对应的响应值重复性, 待相邻两针的响应值之差小于 1.5%, 按标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序分别进样, 分析测定。

$$\omega_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times \omega}{A_1 \times m_2} \quad (1)$$

(1) 式中:

ω_1 ——试样中草铵膦的质量分数, 单位为 (%)

A_2 ——试样溶液中, 草铵膦的峰面积的平均值

m_1 ——标样的质量, 单位为克 (g)

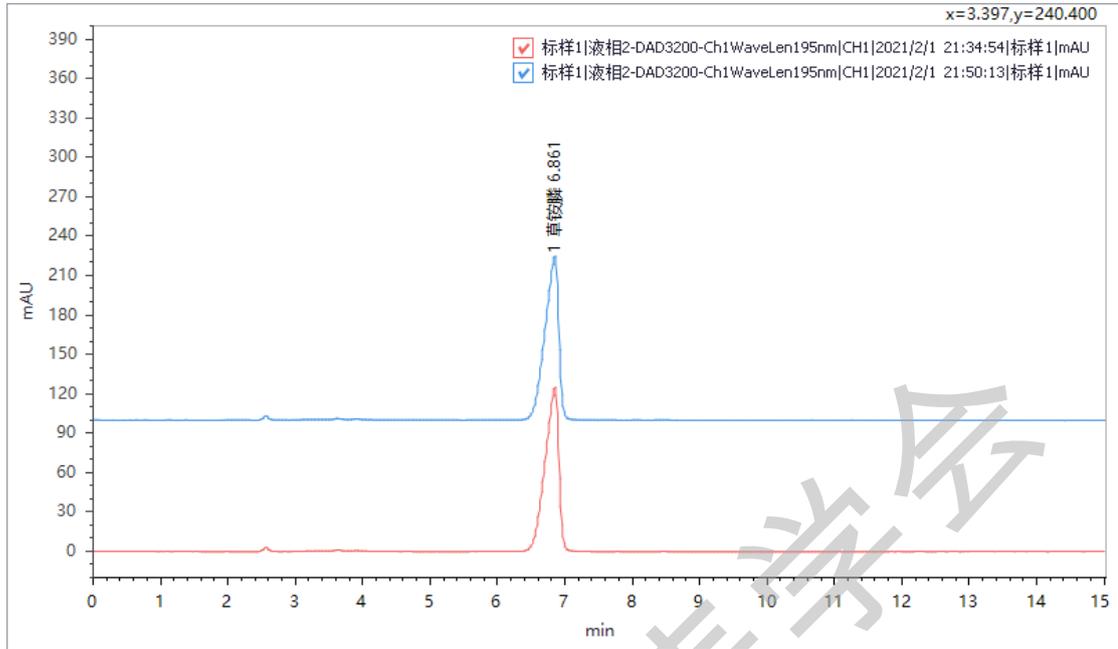
ω ——草铵膦标样中草铵膦的质量分数, 单位为 (%)

A_1 ——标样溶液中, 草铵膦的峰面积的平均值

m_2 ——试样的质量, 单位为克 (g)

※测试谱图

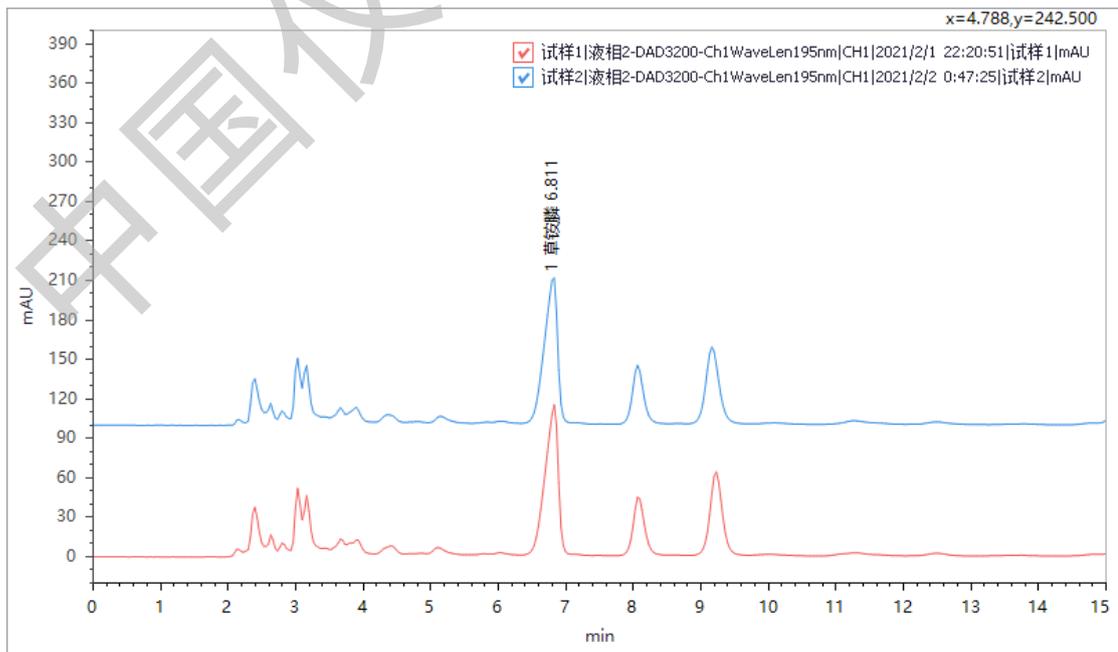
草铵膦标样连续两次测试重叠谱图



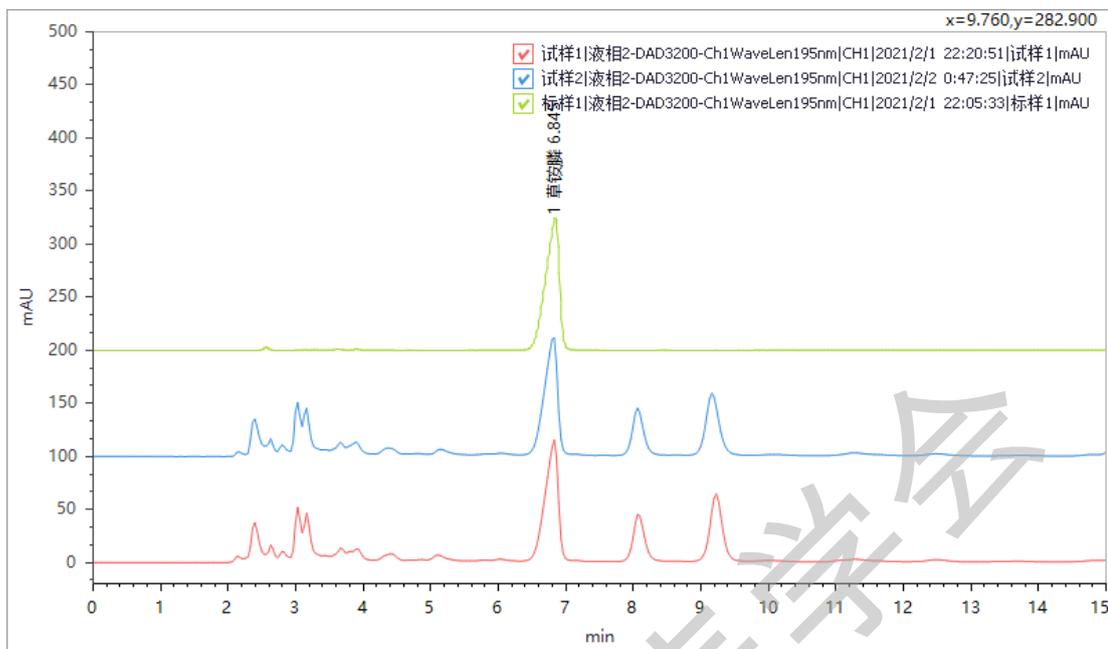
名称	保留时间 (min)	峰面积	平均值	相对响应差%
草铵膦标样 1	6.861	1771.758	1770.041	0.1941
草铵膦标样 2	6.861	1768.323		

相邻两针的相对响应值之差为 0.1941%，小于 1.5%，满足标准要求测试条件。

草铵膦水剂平行样测试重叠谱图



草铵膦水剂对比草铵膦标样重叠谱图



※结果计算

编号/名称	称样量 (g)	定容体积 (ml)	峰面积	草铵膦含量 (%)	草铵膦平均含量 (%)
草铵膦标样	0.1005	50	1758.39	95	95
草铵膦水剂平行 样-1	0.4996		1497.067	16.3	16.2
草铵膦水剂平行 样-2	0.5044		1499.127	16.1	

3 总结

- 1.本次测试农药草铵膦，经验证，在本次测试所用色谱条件下，可用高效液相色谱仪测试，响应效果良好。
- 2.本次测试草铵膦水剂中草铵膦质量分数为 16.2%。