

Study on Quantitative Analysis Method by HPLC of 3-Amino-1,2,4-Triazole

Xiongxiang Wei, Junfeng Li, Jijun Xia, Chengzhu Li, Long Bo

Xi'an Aerospace Propulsion Testing Technology Research Institute, Xi'an Shaanxi
Email: weixiongxiang996@163.com

Received: Jan. 2nd, 2019; accepted: Jan. 14th, 2019; published: Jan. 21st, 2019

Abstract

HPLC was used to determine the purity of 3-amino-1,2,4-triazole. Waters T₃ (250 × 4.6 5 μm) chromatographic column and mobile phase methanol:water (0.02 mol/L potassium dihydrogen phosphate solution) = 20:80 (V/V) were used, with detection wavelength 214 nm, flow rate 0.8 ml/min. The results showed that the purity of 3-amino-1,2,4-triazole was linear and the recovery was 100.16. The method is accurate, simple, feasible and reproducible. It is suitable for the quality control of 3-amino-1,2,4-triazole in industrial production.

Keywords

3-Amino-1,2,4-Triazole, HPLC, Purity

3-氨基-1,2,4-三氮唑高效液相色谱定量分析方法研究

韦雄雄, 李军锋, 夏继军, 李承柱, 卜 龙

西安航天动力试验技术研究所, 陕西 西安
Email: weixiongxiang996@163.com

收稿日期: 2019年1月2日; 录用日期: 2019年1月14日; 发布日期: 2019年1月21日

摘 要

采用高效液相色谱法(HPLC)测定3-氨基-1,2,4-三氮唑纯度,采用Waters T₃ (250 × 4.6 5 μm)色谱柱;流动相甲醇:水(0.02 mol/L磷酸二氢钾溶液) = 20:80 (V/V),检测波长214 nm,流速0.8 ml/min。结果表明,3-氨基-1,2,4-三氮唑纯度检测线性关系良好,回收率为100.16%。方法准确、简单可行,重复性

好, 适用于3-氨基-1,2,4-三氮唑工业化生产的质量控制。

关键词

3-氨基-1,2,4-三氮唑, HPLC, 纯度

Copyright © 2019 by authors and Hans Publishers Inc.

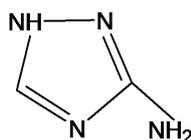
This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY).

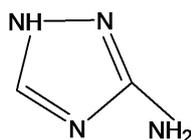
<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

1. 引言



3-氨基-1H-1,2,4-三氮唑(ATA) (结构式: )是由氨基胍碳酸盐和甲酸反应制得, 3-氨基-1H-1,2,4-三氮唑(ATA)作为一种应用广泛的有机中间体, 主要用于化工、农药、医药、染料等行业, 还可以直接用作除草剂、润滑剂以及金属缓蚀剂等[1]。目前, 有关3-氨基-1H-1,2,4-三氮唑含量检测的液相方法尚未报道, HPLC法具有分离效率高、选择性好、检测灵敏度高、适用范围广等特点[2] [3]。我们进行大量摸索、研究, 选用波长为214 nm, 加大流动相中的水相。实验结果表明, 该方法的线性范围、准确度、精密度都较好, 从而为3-氨基-1H-1,2,4-三氮唑含量测定提供了一个重要参考。

2. 实验部分

2.1. 仪器与试剂

高效液相色谱仪(日本岛津公司)LC-10A, 色谱柱: Waters T₃ 4.6 × 250 mm, 5 μm 不锈钢柱, DSZO60型超声波清洗器, 超纯水, 甲醇, 乙腈均为色谱纯, 甲酸铵、三氟乙酸、磷酸二氢钾均为分析纯试剂。标准样品(阿拉丁试剂网分析标样, ≥99%), 待测样品(本公司)。

2.2. 色谱条件

流动相: 甲醇: 水 = 20:80

柱温: 40°C

检测波长: 214 nm

流速: 0.8 ml/min

保留时间: 3-氨基-1H-1,2,4-三氮唑为3.65 min左右。上述液相色谱条件系典型操作参数, 可根据不同仪器特点对给定参数作适当调整, 以期获得最佳效果。

2.3. 测定步骤

2.3.1. 标准样品的配制

准确称取0.0100 g(精确至0.0001 g)标准品溶于25 ml容量瓶中, 用纯水定容至刻度, 摇匀, 作为标样备用。

2.3.2. 试样的配制

准确称取0.0100 g(精确至0.0001 g)样品溶于25 ml容量瓶中, 用纯水定容至刻度, 摇匀, 作为待测

样备用。

2.3.3. 测定

在上述色谱条件下，待仪器基线稳定后，连续注入数针标样溶液，计算各针相对响应值的重复性，按标样、待测样、待测样、标样的顺序进样。ATA 标样以及待测样的色谱图(图 1、图 2)。

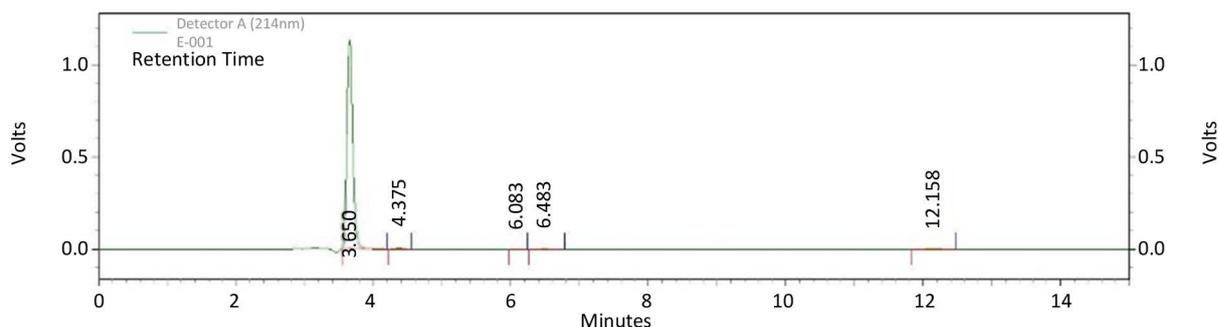


Figure 1. Spectrogram of standard sample

图 1. 标样谱图

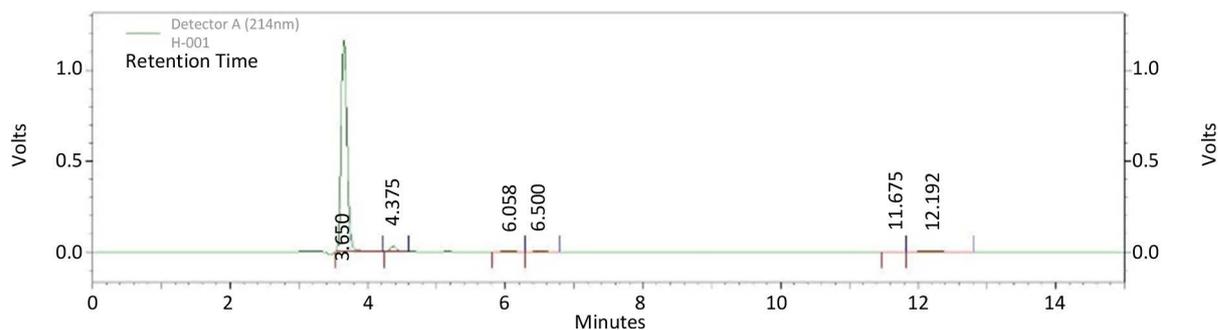


Figure 2. Spectrogram of sample to be tested

图 2. 待测样谱图

3. 结果和讨论[4] [5]

3.1. 吸收波长的确定

在 190~350 nm 波长范围内采用紫外扫描，发现 214 nm 作为检测波长时，ATA 及其杂质具有较强的吸收峰，且无其他杂质干扰，最终选定 214 nm 作为检测波长。

3.2. 流动相和流速的选择

为了确保 ATA 及其杂质可以完全分开，分别选择不同比例和不同 PH 值的甲醇 + 0.02 mol/L 磷酸二氢钾水溶液、甲醇 + 水、乙腈 + 水、乙腈 + 0.02 mol/L 磷酸二氢钾水溶液等作为流动相对待测样进行分离检测，结果表明，当流动相为甲醇：水(0.02 mol/L 磷酸二氢钾溶液) = 20:80 (V/V)时，各组分均能得到理想的分离且基线平稳，因此选择甲醇：水(0.02 mol/L 磷酸二氢钾溶液) = 20:80 (V/V)作为本法的最佳流动相。流动相在流速 0.8 ml/min 的条件下，分离较好，无峰展宽和拖尾，且柱压低，安全性好。因此选择此条件。

3.3. 分析方法的线性相关性

称取 ATA 标品，分别配成 1.0、0.8、0.6、0.4、0.2 mg/mL 的工作液，按上述色谱条件进样，记录峰面积，以质量浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制标准曲线。其线性方程为 $Y = 1.91932 \times 10^7 X + 1.2979 \times 10^6$,

相关系数为 $R = 0.9996$ 。

3.4. 精密度实验

精密称取 ATA 标准品，在上述色谱条件下，分别重复测定 5 次，结果见表 1。

Table 1. Results of precision experiment

表 1. 精密度实验结果

试验次数	峰面积	RSD (%)
1	4,462,034	1.506
2	4,594,965	
3	4,650,092	
4	4,587,964	
5	4,568,833	

由表 1 可知，ATA 峰面积的 RSD 值为 1.506%，表明仪器的精密度良好。

3.5. 重现性实验

精密称取同批次样品 5 份，按待测样溶液制备法制备样品并测定，结果见表 2。

Table 2. Results of reproducibility experiment

表 2. 重现实验结果

试验次数	峰面积	RSD (%)
1	4,562,034	1.532
2	4,615,965	
3	4,650,092	
4	4,608,964	
5	4,468,923	

由表 2 可知，ATA 峰面积的 RSD 值为 1.532%，表明本方法重复性良好。

3.6. 稳定性实验

精密称取同批次样品按待测样溶液制备法制备成待测样，分别于 0、8、24、48、96 h 测定峰面积，结果见表 3。

Table 3. Results of stability experiment

表 3. 稳定性实验结果

试验时间(h)	峰面积	RSD (%)
0	4,615,965	1.330
8	4,658,972	
24	4,583,497	
48	4,602,879	
96	4,493,654	

由表 3 可知, ATA 峰面积的 RSD 值为 1.330%, 表明本方法稳定性良好。

3.7. 回收率实验

采用加样回收法, 精密称取已知含量的样品 5 份, 分别添加一定量的 ATA 标准品, 混匀。按 1.2 步骤制备待测样, 分别进样, 记录峰面积。计算结果见表 4。

Table 4. Results of recovery experiment

表 4. 回收率实验结果

样品含量(mg)	标准品加入量(mg)	测定量(mg)	回收率(%)	平均值(%)	RSD (%)
0.400	0.200	0.596	99.33		
0.40	0.400	0.805	100.63		
0.600	0.200	0.806	100.75	100.16	0.5751
0.600	0.400	1.002	100.20		
0.800	0.200	0.999	99.90		

4. 结论

综上所述, 采用本方法测定 3-氨基-1H-1,2,4-三氮唑含量, 具有快速、准确、简便等特点, 且精密度、重现性和稳定性均能满足产品检验的要求, 是一种实用的分析方法, 适用于企业工业化生产的质量控制。

参考文献

- [1] 孙毓庆, 胡育筑. 液相色谱溶剂系统的选择与优化[M]. 北京: 化学工业出版社, 2008.
- [2] 于世林. 高效液相色谱方法及应用[M]. 北京: 化学工业出版社, 2005.
- [3] 夏玉宇. 化验员实用手册[M]. 北京: 化学工业出版社, 2005.
- [4] 于世林. 图解高效液相色谱技术与应用[M]. 北京: 科学出版社, 2009.
- [5] 王箴. 化工词典[M]. 北京: 化学工业出版社, 1979.

知网检索的两种方式:

1. 打开知网页面 <http://kns.cnki.net/kns/brief/result.aspx?dbPrefix=WWJD>
下拉列表框选择: [ISSN], 输入期刊 ISSN: 2161-8844, 即可查询
2. 打开知网首页 <http://cnki.net/>
左侧“国际文献总库”进入, 输入文章标题, 即可查询

投稿请点击: <http://www.hanspub.org/Submission.aspx>

期刊邮箱: hjctet@hanspub.org