

高效液相色谱法测定乙酰甲胺磷原药

罗丹, 黄燕

(浙江福立分析仪器股份有限公司, 浙江 温岭 317500)

摘要: 样品用流动相溶解, 利用反相高效液相色谱分离, 并根据保留时间定性, 峰面积外标法定量。

关键词: 高效液相色谱分离; 检测方法; 乙酰甲胺磷

1 检测方法

依据国家标准: 《HG 2211-2003 乙酰甲胺磷原药》

2 试剂和材料

2.1 试剂与溶液

- (1) 乙腈: 色谱纯
- (2) 磷酸: 分析纯
- (3) 水: 纯净水
- (4) 乙酰甲胺磷标样: 已知乙酰甲胺磷质量分数 $\geq 99.0\%$ (无干扰分析的杂质);
- (5) 乙酰胺标样: 已知乙酰胺质量分数 $\geq 98.0\%$;
- (6) 甲胺磷标样溶液: 甲醇中甲胺磷 1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$;
- (7) 乙酰胺标样溶液: 准确称取乙酰胺标样 0.03g (精确至 0.0002g), 置于 50mL 容量瓶中, 加流动相溶解, 并稀释至刻度, 摇匀。

2.2 材料与仪器

- (1) 高效液相色谱仪: 福立 LC5090 高效液相色谱仪, 配备有脱气机、二元高压输液泵、自动进样器、柱温箱及紫外检测器。
- (2) 天平: 感量为 0.0001g
- (3) 移液管: 5mL
- (4) 10 mL、50 mL 容量瓶若干

3 标准溶液配制

准确称取乙酰甲胺磷标样 0.012g (精确至 0.0002g), 置于 10mL 容量瓶中, 用移液管分别

移取 0.2mL 乙酰胺标样溶液（4.1.7）和 0.32mL 甲胺磷标样溶液于同一容量瓶中，加流动相溶解并定容，摇匀。

4 试样溶液的配制

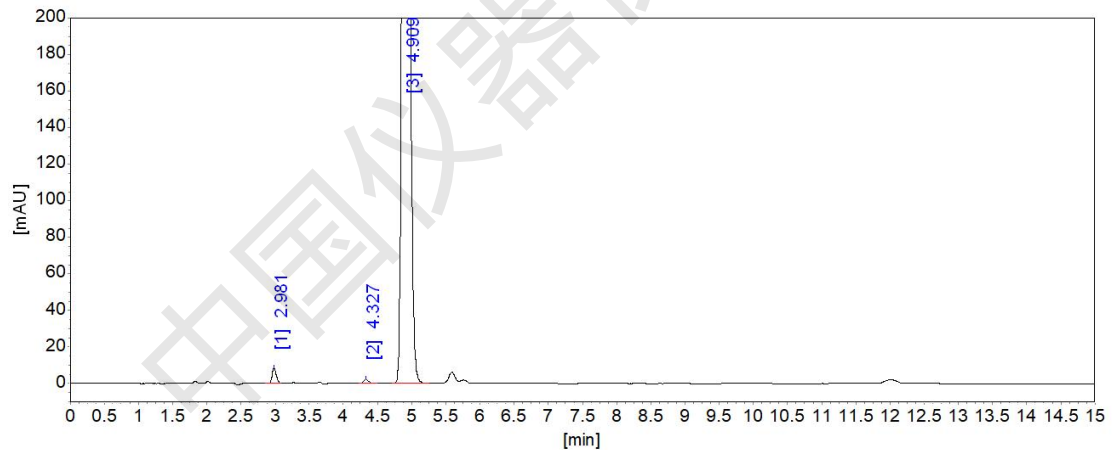
准确称取含乙酰甲胺磷 0.012g 的试样（精确至 0.0002g），置于 10mL 容量瓶中，加流动相溶解并定容，摇匀。

5 仪器条件

- （1）色谱柱:Sunniest C18，柱长 250mm，内径 4.6mm，粒径 5 μ m
- （2）流动相：纯乙腈：水（PH=3）=12:88
- （3）流速:1.0 mL/min
- （4）检测器: UV 210 nm
- （5）柱温: 40 $^{\circ}$ C
- （6）进样量:20 μ L

6 分析结果

6.1 标准溶液典型谱图及结果



1-乙酰胺) 2-甲胺磷) 3-乙酰甲胺磷

分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]
1	乙酰胺	2.981	8363.1	36406.9
2	甲胺磷	4.327	2423.9	12934.5
3	乙酰甲胺磷	4.909	863209.4	5215126.7
			873996.4	5264468.1

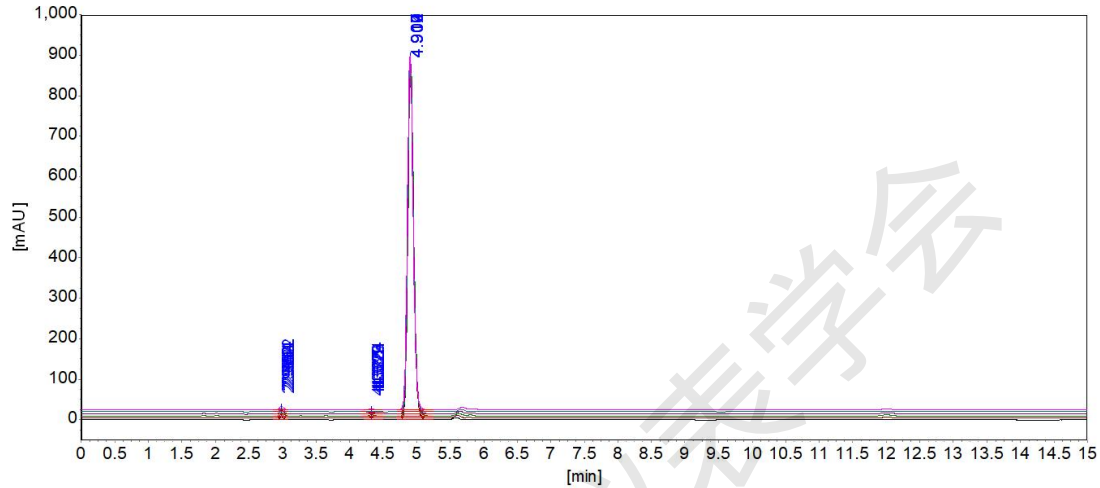
系统评价表

柱长: 250mm

死时间:

峰序	组分名	保留时间 [min]	半高峰宽 [min]	容量 因子	理论 塔板	分离度	拖尾 因子
1	乙酰胺	2.981	0.06788	0.0000	10688	0.000	1.217
2	甲胺磷	4.327	0.08206	0.4515	15405	10.593	1.187
3	乙酰甲胺磷	4.909	0.09247	0.6467	15616	3.935	1.152

6.2 标准溶液重复性谱图及结果



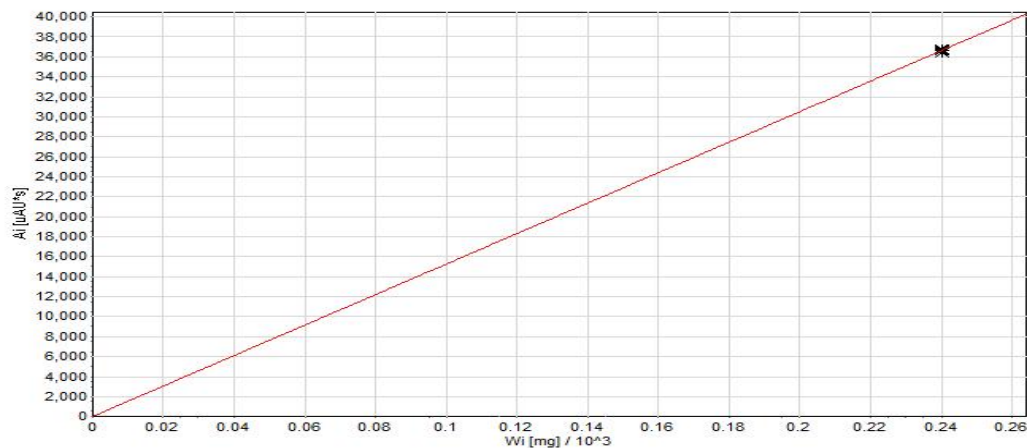
峰序	组分名	保留时间 平均值 [min]	保留时间 RSD [%]	面积 平均值 [uAU*s]	面积 RSD [%]	峰高 平均值 [uAU]	峰高 RSD [%]
1	乙酰胺	2.983	0.034	36648.3	0.393	8419.3	0.386
2	甲胺磷	4.327	0.061	12972.9	0.441	2442.3	0.510
3	乙酰甲胺磷	4.905	0.087	5247913.7	0.374	868786.2	0.414

6.3 标准曲线

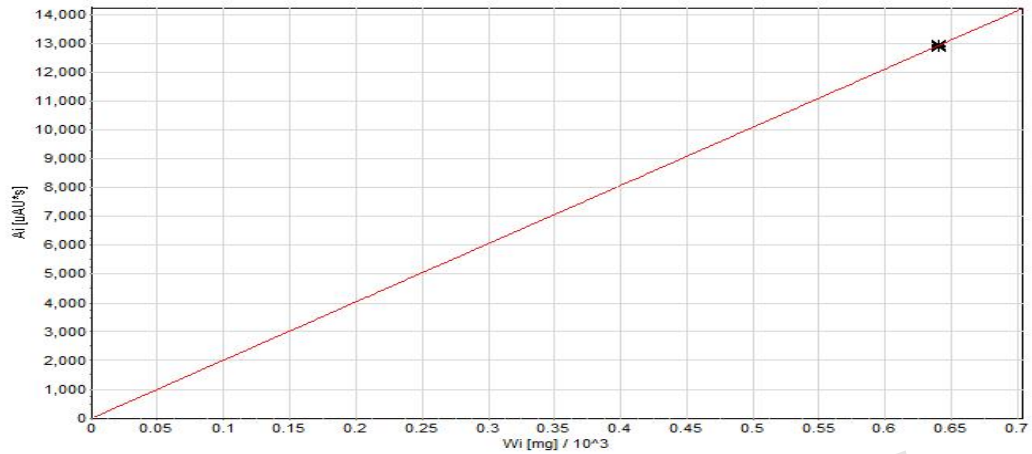
标准曲线绘制: 重复进样 6 次标准溶液 (乙酰胺浓度为 12mg/L、甲胺磷浓度为 32mg/L、乙酰甲胺磷浓度为 1200 mg/L) 20 μ L, 进行 HPLC 分析, 然后以峰面积为纵坐标, 以含量为横坐标, 绘制标准曲线。

组分[乙酰胺]: 曲线方程: $Wi = 6.54874E-009 * Ai$

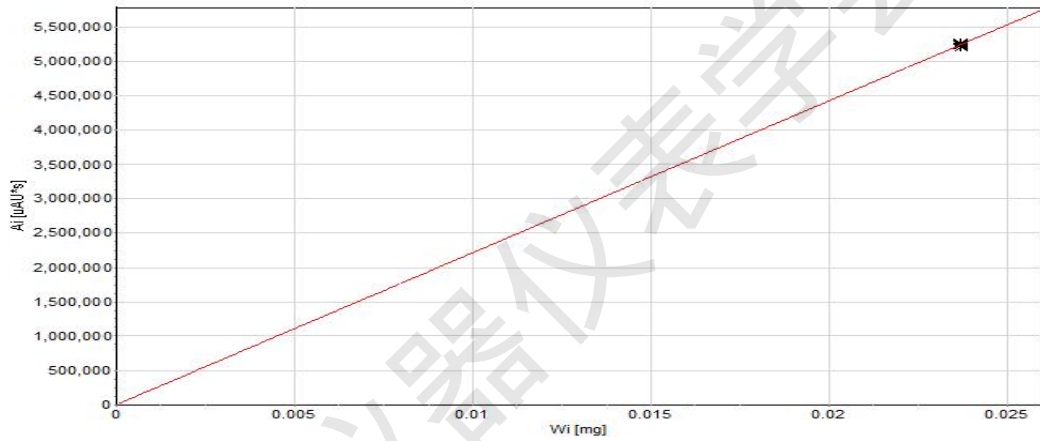
校正因子: $f0=0, f1=6.54874E-009$ 相关系数: $r^2 = 1.00000$



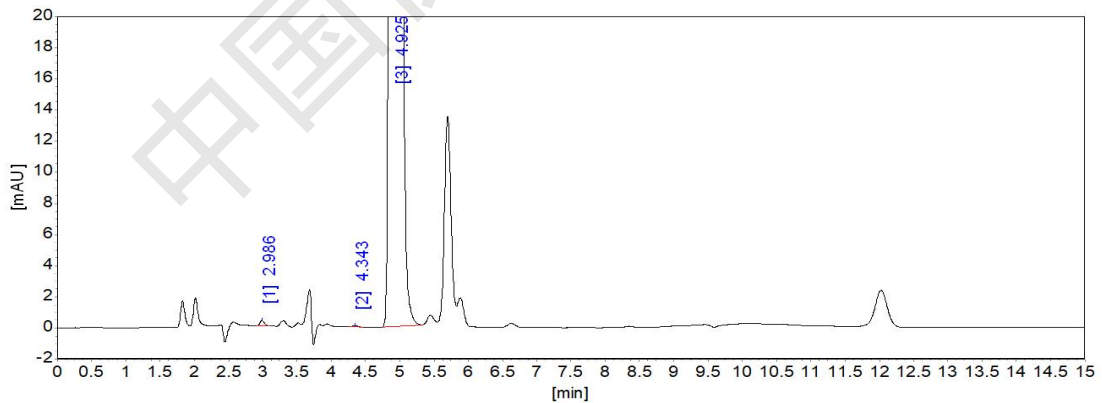
组分[甲胺磷]: 曲线方程: $W_i = 4.94998E-008 * A_i$
 校正因子: $f_0=0, f_1=4.94998E-008$ 相关系数: $r^2 = 1.00000$



组分[乙酰甲胺磷]: 曲线方程: $W_i = 4.51379E-009 * A_i$
 校正因子: $f_0=0, f_1=4.51379E-009$ 相关系数: $r^2 = 1.00000$



6.4 乙酰甲胺磷原药谱图及 2 针分析结果



分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]	含量 [%]
1	乙酰胺	2.986	353.7	1576.5	0.0413
2	甲胺磷	4.343	67.6	343.7	0.0681
3	乙酰甲胺磷	4.925	911842.2	5351181.0	96.6164
总计:			912263.5	5353101.2	96.7258

分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]	含量 [%]
1	乙酰胺	2.988	356.9	1607.6	0.0421
2	甲胺磷	4.342	69.5	337.4	0.0668
3	乙酰甲胺磷	4.917	915606.3	5373796.9	97.0248
总计:			916032.7	5375741.8	97.1337

由以上实验结果可知，乙酰甲胺磷 2 次平行测定结果之差为 0.42%，小于标准规定的 1.2%，满足标准要求。最终测定原药中乙酰甲胺磷平均含量为 96.82%、乙酰胺平均含量为 0.04%、甲胺磷平均含量为 0.07%。

中国仪器仪表学会