

# 多效唑原药测定液相色谱法

金迁, 黄燕

(浙江福立分析仪器股份有限公司, 浙江省温岭市 317500)

**摘要:** 样品用甲醇溶解, 利用反相高效液相色谱分离, 并根据保留时间定性, 峰面积定量。

**关键词:** 反相高效液相色谱; 检测方法; 多效唑原药

## 1 检测方法

依据国家标准: 《GB 22172-2008 多效唑原药》

## 2 试剂和材料

### 2.1 试剂

- 1) 甲醇( $\text{CH}_3\text{OH}$ ): 色谱纯
- 2) 乙腈( $\text{CH}_3\text{CN}$ ): 色谱纯
- 3) 纯水: 娃哈哈纯净水

### 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、四元低压泵、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 容量瓶若干
- 5) 标准品: 多效唑标准品, 纯度 98.1%

## 3 标准溶液配置

多效唑标准溶液(198.162 mg/L): 准确称取多效唑标准品 0.1005g (精确到 0.0002 g), 置于 50 mL 容量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 超声波振荡 5min, 使试样溶解, 冷却至室温, 摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 于 50 mL 容量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀。经 0.45 $\mu\text{m}$  微孔滤膜后, 待进样。

## 4 样品前处理

样品配置: 准确称取多效唑样品 0.10 g (精确到 0.0002 g), 置于 50 mL 容量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 超声波振荡 5min, 使试样溶解, 冷却至室温, 摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL

于 50 mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀。经 0.45 $\mu$ m 微孔滤膜后，待进样。

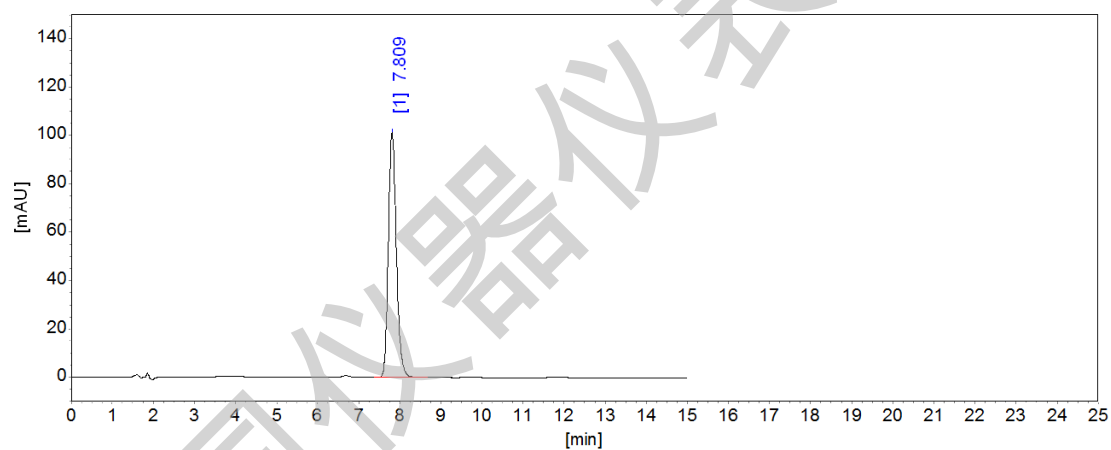
## 5 仪器条件

- 1) 色谱柱:Sunniest C18, 柱长 150mm, 内径 4.6mm, 粒径 5 $\mu$ m
- 2) 流动相: 纯甲醇: 纯乙腈: 纯水=40:23:37
- 3) 流速:1.0 mL/min
- 4) 检测器: UV 230 nm
- 5) 柱温: 30  $^{\circ}$ C
- 6) 进样量 10  $\mu$ L

## 6 分析结果

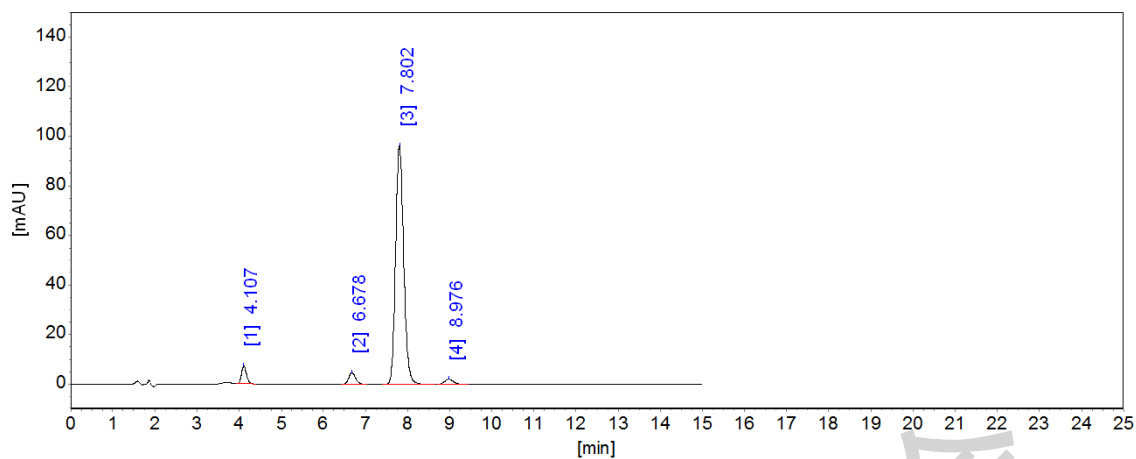
### 6.1 多效唑典型谱图

- 1) 标样典型谱图 (198.162 mg/L)



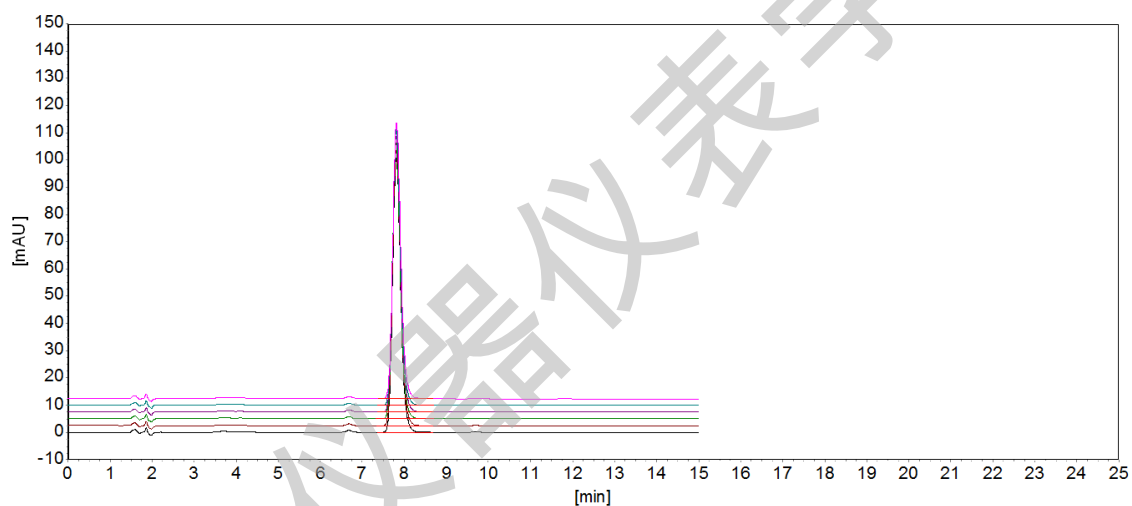
名称	t/min	峰面积/uAU*s	峰高/uAU	拖尾因子	理论塔板
多效唑	7.809	1367211.7	101198.9	1.196	8007

- 2) 试样及杂质典型分离谱图



1、4-H 多效唑 2、多效唑 II 体 3、多效唑 4、氯唑酮

## 6.2 标样重复性谱图及结果 (198.16 mg/L)

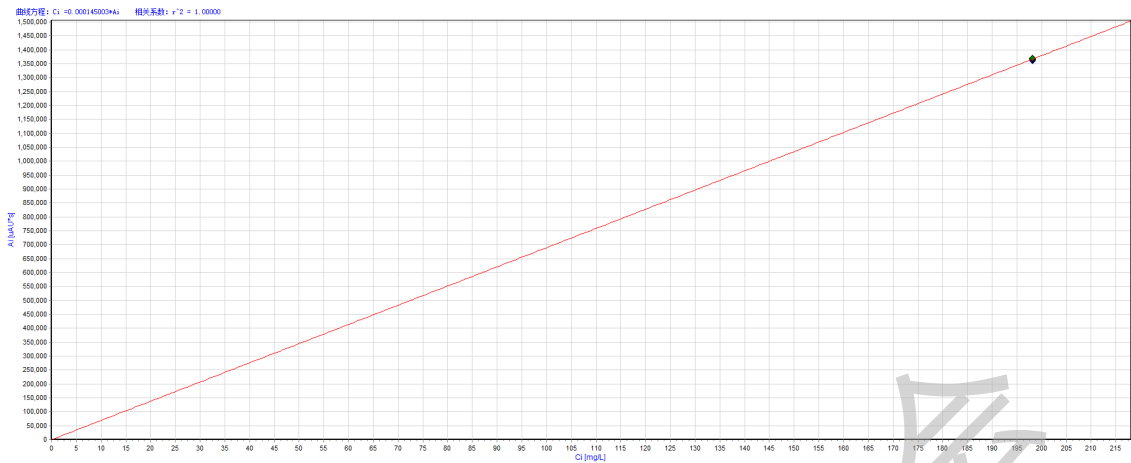


名称	序号	t/min	峰面积/uAU*s	峰高/uAU
多效唑	1	7.780	1360829.9	100791.9
	2	7.768	1366197.7	101054.7
	3	7.768	1366507.0	101200.1
	4	7.772	1369079.5	101365.6
	5	7.774	1367211.7	101198.9
	6	7.789	1369806.3	101206.8
平均值		7.7807	1366605.3	101136.3
RSD/%		0.046	0.232	0.193

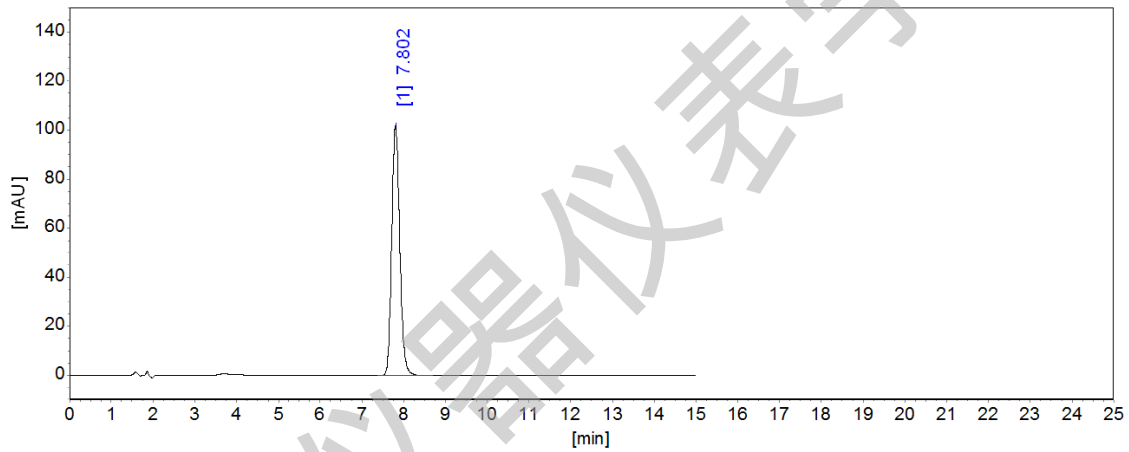
## 6.3 标准曲线

标准曲线绘制：重复进样 6 次多效唑浓度为 198.162 mg/L 的标准溶液 10  $\mu$ 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。



#### 6.4 多效唑原药谱图及 2 针分析结果



名称	序号	t/min	峰面积/uAU*s	峰高/uAU	含量/%	平均含量/%
多效唑	1	7.802	1362046.5	101804.5	97.29	97.51
	2	7.776	1354543.7	101463.3	97.72	

由以上实验结果可知，样品 2 次平行测定结果之差为 0.43%，小于标准规定的 1.2%，满足标准要求。最终测定原药中戊唑醇含量为 97.51%