

灭多威原药测定分析报告

陈卿卿

(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: 液相色谱; 检测方法; 灭多威

1 检测方法

依据国家标准: 《GB 24752-2009 灭多威原药》

2 试剂和材料

2.1 试剂

- 1) 甲醇(CH₃OH): 色谱纯
- 2) 纯水: 娃哈哈纯净水

2.2 材料与仪器

- 1) 福立高效液相色谱仪,带紫外检测器
- 2) 天平: 感量为 0.0001g
- 3) 量筒: 10mL
- 4) 50 mL 容量瓶若干
- 5) 标准品: 灭多威标准品, 纯度≥98%

3 标准溶液配置

灭多威标准溶液(500 mg/L): 准确称取灭多威标准品 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, 摇匀。准确移取上述溶液 25 mL 于 100 mL 容量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀。经 0.45 μ m 微孔滤膜后, 待进样。

4 样品前处理

样品配置: 称取适量样品使灭多威含量为 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, 摇匀。准确移取上述溶液 25 mL 于 100 mL 容量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀。经 0.45 μ m 微孔滤膜后, 待进样。

5 仪器条件

- 1) 色谱柱:Sapphiresil C18, 柱长 250mm, 内径 4.6mm, 粒径 5 μ m

2) 流动相: 纯水: 纯甲醇=60:40

3) 流速:1.0 mL/min

4) 检测器: UV 235 nm

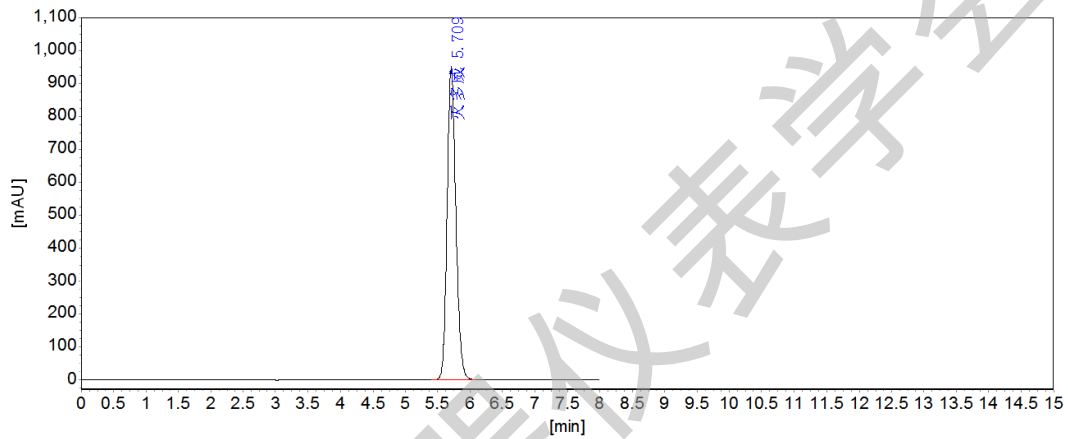
5) 柱温: 25 °C

6) 进样量 5 μ L

6 分析结果

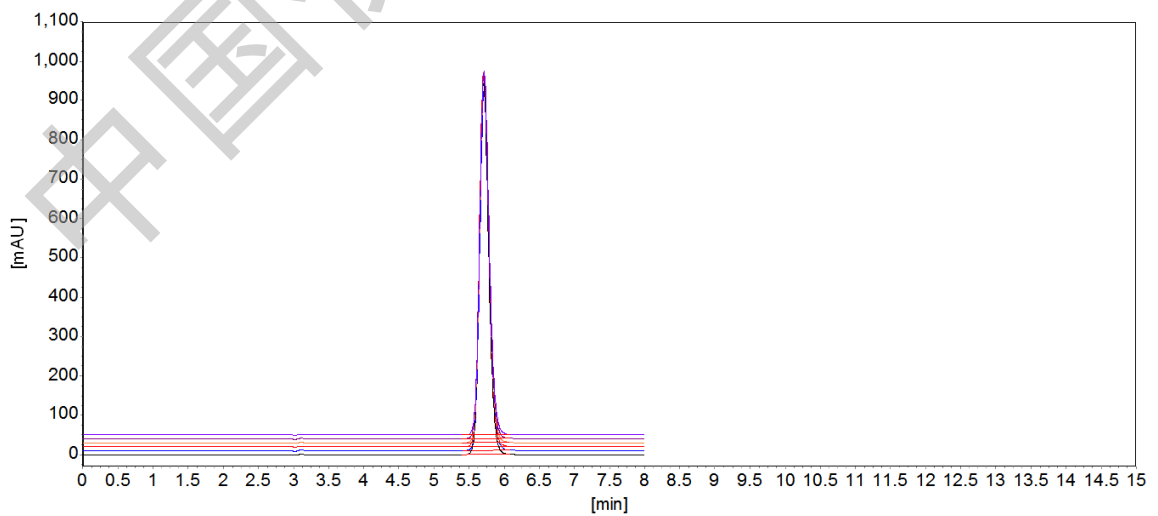
6.1 液相标样谱图及结果

1) 标样谱图及结果 (500 mg/L)



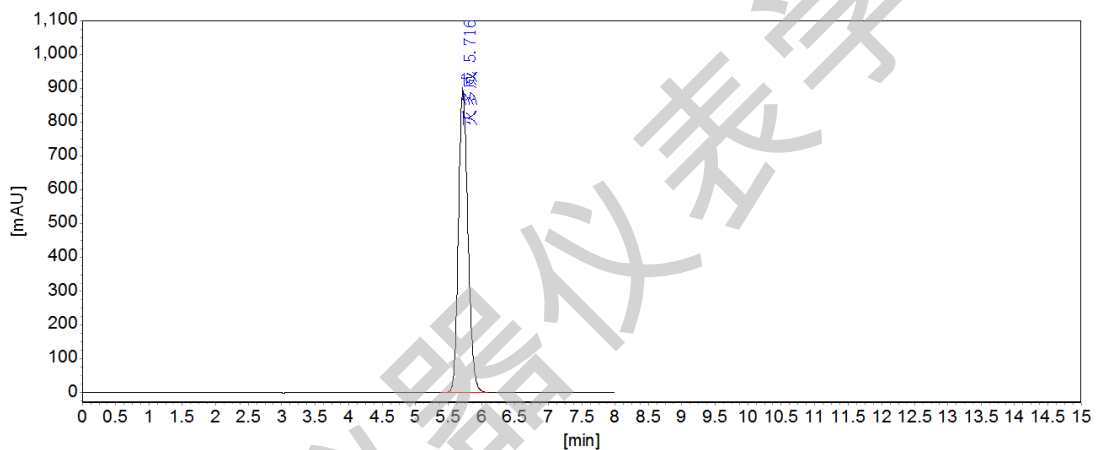
名称	t/min	峰面积/mAu*s	峰高/mAu	拖尾因子	理论塔板
灭多威	5.709	8868.5601	943.2249	1.166	8724

2) 标样重复性谱图及结果 (500 mg/L)



名称	序号	t/min	峰面积/mAu*s	峰高/mAu
灭多威	1	5.708	8853.1147	949.7520
	2	5.709	8868.5601	943.2249
	3	5.713	8838.4259	932.1052
	4	5.712	8834.8539	925.5995
	5	5.715	8896.5192	923.5035
	6	5.718	8941.4842	921.7148
平均值		5.713	8872.1597	932.6500
RSD/%		0.069	0.459	1.230

6.2 灭多威典型样品谱图及平行 2 针分析结果



名称	序号	t/min	峰面积/mAu*s	峰高/mAu	含量/%	平均含量/%
灭多威	1	5.716	8899.6306	891.9816	93.7767	93.3731
	2	5.715	8801.6135	897.568	92.9695	

由以上实验结果可知，试样中的色谱峰保留时间与标样中灭多威的保留时间相对差值小于 1.5%，样品 2 次平行测定结果之差小于 1.2%，满足标准要求。最终测定可溶性粉剂中灭多威含量为 93.3731 %。与实际标注的含量大于 90%相符。