

# 吡嘧磺隆原药检测方法 分析报告

张 某 李某某 王某某 (作者姓名字体用楷体五号)

(浙江福立分析仪器股份有限公司, 浙江省温岭市 317500)

**摘要:** 采用甲醇溶液, 利用反相高效液相色谱分离检测吡嘧磺隆原药, 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; 吡嘧磺隆

## 1 检测方法

参照国家标准《GB22168-2008 吡嘧磺隆原药》。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。

## 2 试剂和材料

### 2.1 试剂

2.1.1 甲醇: 色谱纯;

2.1.2 水: 娃哈哈纯净水。

### 2.2 材料与仪器

2.2.1 高效液相色谱仪: 福立 LC5090 高效液相色谱仪, 配备 LC5090 在线脱气机、LC5090 四元低压输液泵、LC5090 自动进样器、LC5090 柱温箱、LC5090 紫外检测器;

2.2.2 色谱柱: Sunniest C18 柱, 4.60 mm \* 250 mm, 粒径为 5.0  $\mu\text{m}$ ;

2.2.3 分析天平: 精度 0.0001 g;

2.2.4 过滤器: 滤膜孔径约 0.45  $\mu\text{m}$

2.2.5 移液管: 5 mL;

2.2.6 50 mL 容量瓶若干;

2.2.7 标准品: 吡嘧磺隆标准品: 纯度 99.90%。

## 3 溶液配制

### 3.1 标准溶液的制备

吡嘧磺隆标准溶液(100 mg/L): 准确称取吡嘧磺隆标准品 0.05 g (精确到 0.0002 g), 置于 100 mL 容量瓶加入 80 mL 甲醇, 超声波振荡 5 min, 使试样溶解, 冷却至室温, 加入甲醇定容, 摇匀。用移液管移取上述溶液 10 mL 于 50 mL 容量瓶中, 用甲醇定容, 摇匀。经 0.45  $\mu\text{m}$  微孔滤膜后, 待进样。

### 3.2 试样溶液的制备

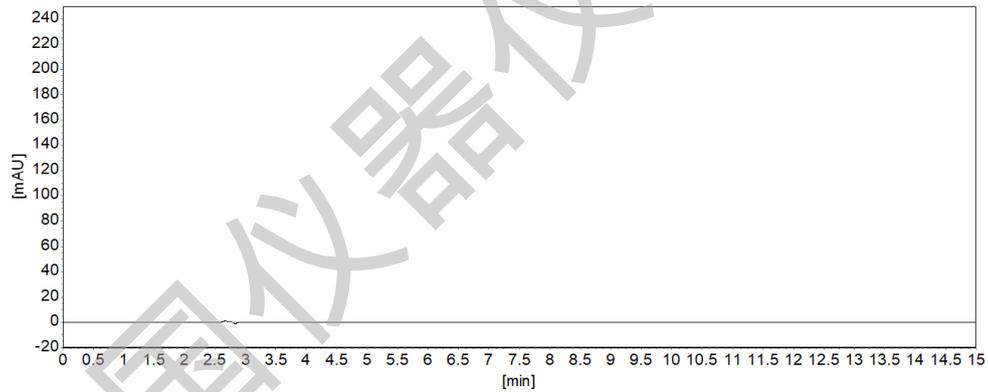
称取含吡啶磺隆 0.05 g 的试样（精确到 0.0002 g），置于 100 mL 容量瓶加入 80 mL 甲醇，超声波振荡 5 min，使试样溶解，冷却至室温，加入甲醇定容，摇匀。用移液管移取上述溶液 10 mL 于 50 mL 容量瓶中，用甲醇定容，摇匀。经 0.45  $\mu\text{m}$  微孔滤膜后，待进样。

## 4 仪器条件

- a) 色谱柱: Sunniest C18, 柱长 250 mm, 内径 4.6 mm, 粒径 5  $\mu\text{m}$ ;
- b) 流动相: 纯甲醇: 纯水=75 : 25;
- c) 流速: 1.0 mL/min;
- d) 检测器: UV 241 nm;
- e) 柱温: 室温;
- f) 进样量: 10  $\mu\text{L}$ 。

## 5 分析结果

### 5.1 空白谱图



### 5.2 标样典型谱图

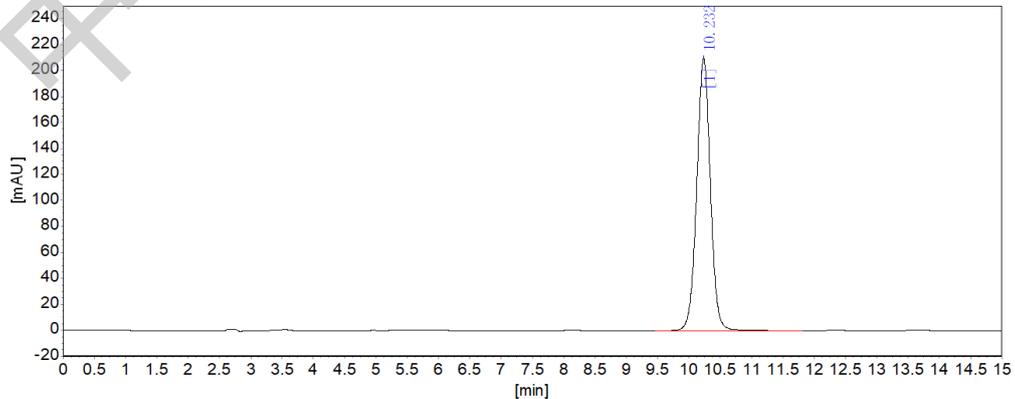


图 1 吡啶磺隆标准溶液谱图 (100 mg/L)

名称	t/min	峰面积 /uAU*s	峰高 /uAU	拖尾因子	理论塔板
吡啶磺隆	10.232	3174291.6	209557.0	1.010	11041

### 5.3 重复性实验

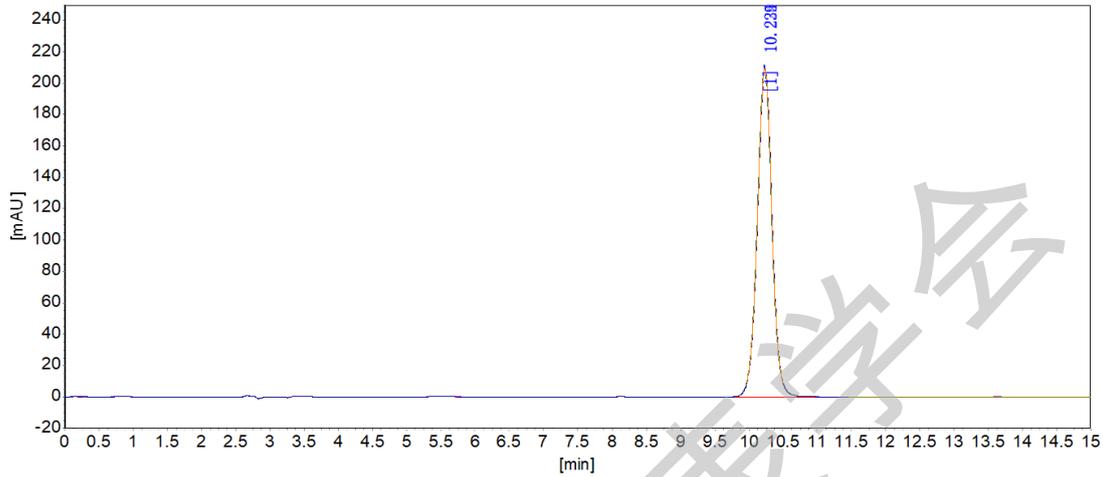
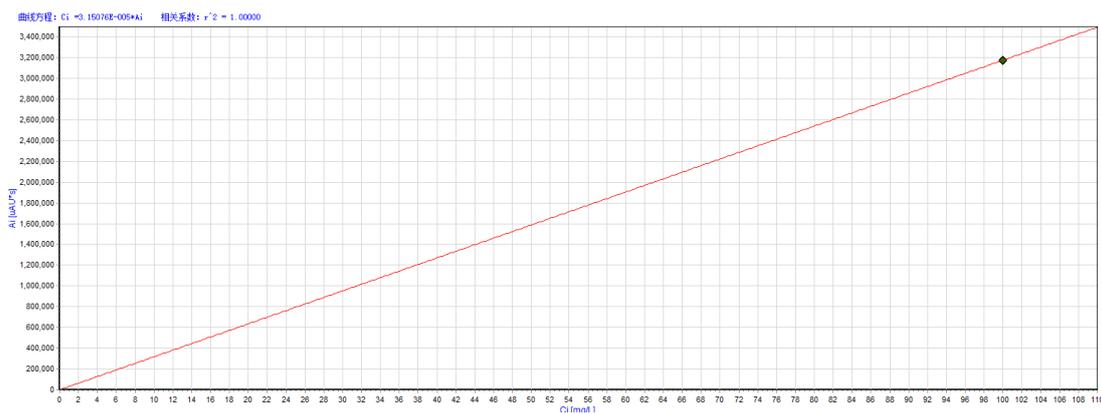


图 2 吡啶磺隆标准溶液重复性谱图 (100 mg/L)

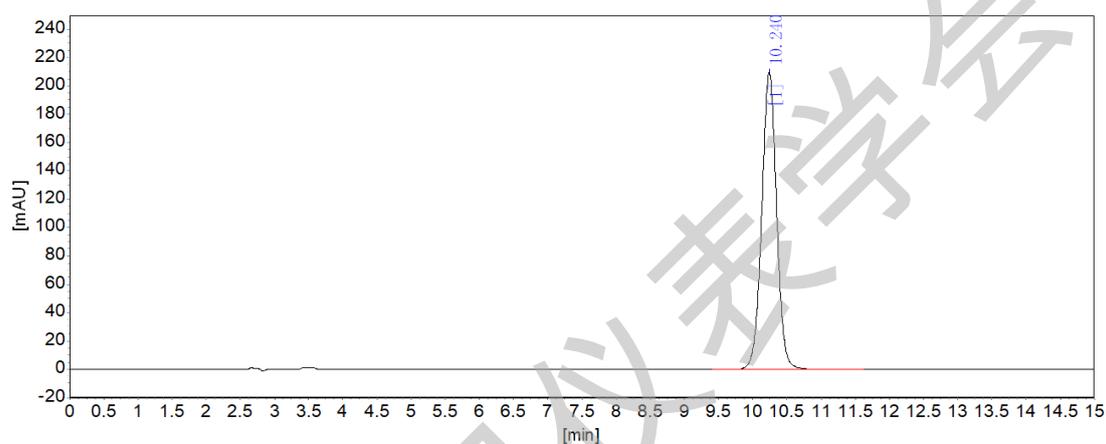
名称	序号	t/min	峰面积 /uAU*s	峰高 /uAU
吡啶磺隆	1	10.229	3165016.7	209142.2
	2	10.229	3173770.8	209845.9
	3	10.234	3172249.4	209530.5
	4	10.234	3178600.6	209836.1
	5	10.235	3177331.2	209849.0
	6	10.232	3174291.6	209557.0
平均值		10.232	3173543.4	209626.8
RSD%		0.025	0.151	0.133

### 5.4 标准曲线

标准曲线绘制：重复进样 6 次吡啶磺隆浓度为 100 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。



### 5.5 吡嘧磺隆原药谱图及 2 针分析结果



名称	序号	t/min	峰面积/	峰高/	含量/%	平均含量/%
吡嘧磺隆	1	10.239	3183080.0	210027.9	99.90	99.89
	2	10.243	3203085.4	210833.4	99.88	

由以上实验结果可知，样品 2 次平行测定结果之差为 0.02%，小于标准规定的 1.2%，满足标准要求。最终测定原药中吡嘧磺隆含量为 99.89%。