

吡蚜酮的测定

陈卿卿, 陈青青

(浙江福立分析仪器股份有限公司, 浙江省温岭市 317500)

摘要: 试样用甲醇溶解, 以磷酸二氢钾缓冲溶液+乙腈为流动相, 使用 C18 为填料的不锈钢和紫外检测器 (250nm), 对试样中的吡蚜酮进行反相高效液相色谱分离和测定, 外标法定量。

关键词: 反相高效液相色谱; 检测方法; 吡蚜酮

1 检测方法

依据行业标准: 吡蚜酮原药 (GB/T 34156-2017)。

2 试剂和材料

- 乙腈: 液相色谱纯。
- 甲醇: 液相色谱纯。
- 水: 纯净水。
- 磷酸二氢钾: 分析纯。
- 吡蚜酮标样: 已知准确质量分数 (97.7%)

3 仪器和装置

- 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 二元高压输液泵、LC5090 自动进样器、LC5090 柱温箱、LC5090 双波长-紫外检测器。
- 色谱柱: Sunniest C18 色谱柱, 4.60 mm * 150 mm, 粒径为 5.0 μm 。
- 一次性注射器。
- 针头过滤器: 0.45 μm 有机滤膜。
- 微孔滤膜 0.45 μm 。
- 一般实验室常用仪器。

4 实验

4.1 标准溶液的制备

准确称取吡蚜酮标样 0.0998g (精确至 0.0001g) 于 50ml 容量瓶中, 加入 45mL 甲醇振摇使标样溶解, 超声振荡 5min, 冷却至室温, 用甲醇定容至刻度, 摇匀。用移液管移取上述溶液 5mL 于 50mL 容量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀, 得到浓度为 199.60 mg/L 的吡蚜酮标准溶

液。

4.2 样品的制备

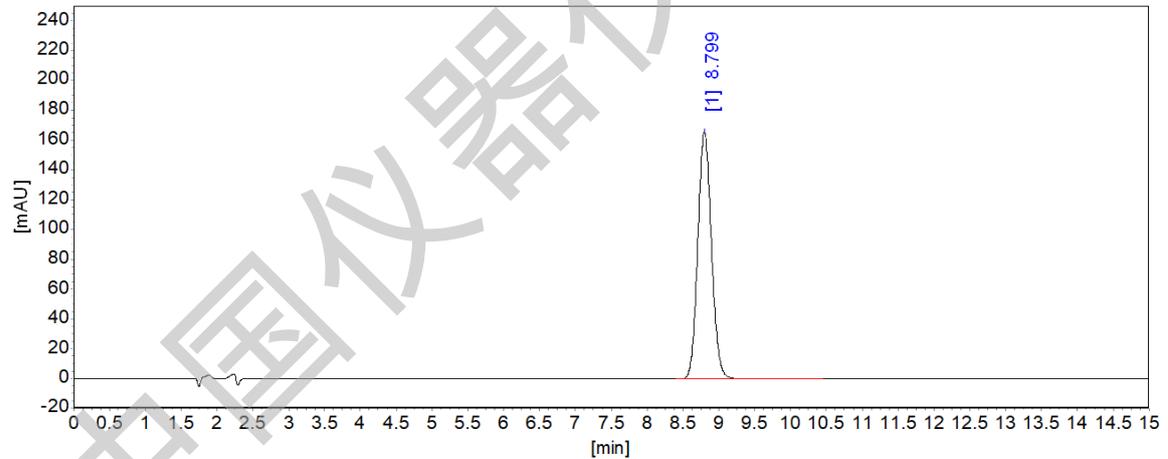
称取吡蚜酮原药 0.1000g (精确至 0.0001g) 于 50ml 容量瓶中, 加入 45mL 甲醇振摇使标样溶解, 超声振荡 5min, 冷却至室温, 用甲醇定容至刻度, 摇匀。用移液管移取上述溶液 5mL 于 50mL 容量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 摇匀, 待测。

4.3 仪器条件

- 1) 色谱柱: Sunniest C18, 柱长 150 mm, 内径 4.6 mm, 粒径 5 μm ;
- 2) 流动相: 0.2g/L 磷酸二氢钾溶液: 乙腈=90: 10;
- 3) 流速: 1 mL/min;
- 4) 检测器: UV 250nm;
- 5) 柱温: 30 $^{\circ}\text{C}$;
- 6) 进样量: 5 μL ;

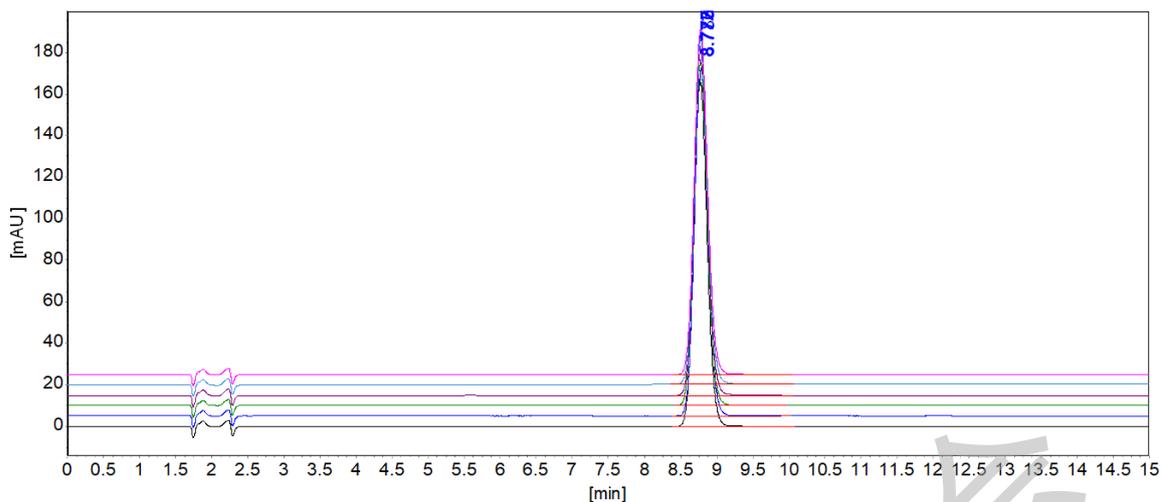
4.4 分析结果

- 1) 吡蚜酮标准溶液典型谱图及结果 (199.60mg/L)



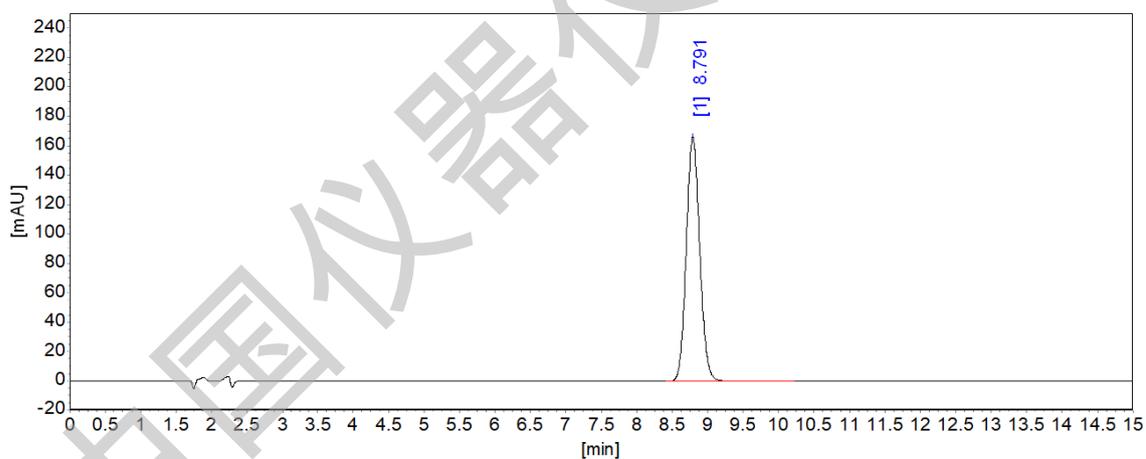
峰序	组分名	保留时间 [min]	峰面积 [uAU*s]	峰高[uAU]	理论塔板	拖尾因子
1	吡蚜酮	8.799	2185642.7	165943.0	10399	1.096

- 2) 吡蚜酮标准溶液六针重复性谱图及结果 (199.60mg/L)



峰序	组分名	平均时间 [min]	时间 RSD%	平均面积 [mAU*s]	面积 RSD%	平均峰高 [mAU]	峰高 RSD%
1	吡蚜酮	8.776	0.037	2174990.0	0.388	166094.8	0.297

3) 样品典型谱图及结果



峰序	组分名	保留时间 [min]	峰面积 [uAU*s]	峰高[uAU]	理论塔板	拖尾因子
1	吡蚜酮	8.791	2180309.8	166110.5	10455	1.094

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰面积 [uAU*s]	峰高[uAU]	理论塔板	拖尾因子
1	吡蚜酮	8.799	2187254.3	166392.7	10437	1.095

4) 样品含量计算

标样质量/g	0.0998
标样质量分数/%	97.70
样品质量/g	0.1000
第一针标样面积[uAU*s]	2185642.7
第一针样品面积[uAU*s]	2180309.8
第二针样品面积[uAU*s]	2187254.3
第二针标样面积[uAU*s]	2172142.0
样品含量/%	97.72

中国仪器仪表展览会