

烯啶吡蚜酮的测定

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: 试样用流动相溶解, 以甲醇+水为流动相, 使用 C18 为填料的不锈钢柱和紫外检测器 (254nm), 对试样中的烯啶吡蚜酮进行反相高效液相色谱分离, 外标法定量。

关键词: 反相高效液相色谱; 检测方法; 烯啶吡蚜酮

1 检测方法

福立提供。

2 试剂和材料

- 1) 甲醇 (CH₃OH): 液相色谱纯。
- 2) 水: 纯净水。
- 3) 烯啶虫胺标样: 已知准确质量分数 (98.84%)
- 4) 吡蚜酮标样: 已知准确质量分数 (97.70%)

3 仪器和装置

- 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 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。
- 2) 色谱柱: Sunniest C18 色谱柱, 4.60 mm * 250 mm, 粒径为 5.0 μm。
- 3) 一次性注射器。
- 4) 针头过滤器: 0.45 μm 有机滤膜。
- 5) 微孔滤膜 0.45 μm。
- 6) 一般实验室常用仪器。

4 实验

4.1 标准溶液的制备

1) 标准储备液的制备

准确称取烯啶虫胺 0.0405g (精确至 0.0001g) 和吡蚜酮 0.1433g (精确至 0.0001g) 至 100mL 容量瓶中, 用流动相溶解并定容至刻度线, 摇匀, 配制成烯啶虫胺浓度为 400 mg/L、吡蚜酮浓度为 1400 mg/L 的混合标准储备液, 于 4°C 下冷藏, 使用时应恢复至室温并摇匀。亦可购买市

售有证标准物质。

2) 烯啶虫胺、吡蚜酮标准使用液:

(1) 一级标准溶液

准确移取标准储备液(1 mL 至 10 mL 容量瓶中, 用流动相稀释定容至刻度, 配制成烯啶虫胺浓度为 40 mg/L、吡蚜酮浓度为 140 mg/L 的一级标准溶液。过 0.45 μm 滤膜, 待测。

(2) 二级标准溶液

准确移取一级标准溶液(1) 2 mL 至 10 mL 容量瓶中, 用流动相稀释定容至刻度, 配制成烯啶虫胺浓度为 8 mg/L、吡蚜酮浓度为 28 mg/L 的二级标准溶液。过 0.45 μm 滤膜, 待测。

(3) 三级标准溶液

准确移取二级标准溶液(2) 5 mL 至 10 mL 容量瓶中, 用流动相稀释定容至刻度, 配制成烯啶虫胺浓度为 4 mg/L、吡蚜酮浓度为 14 mg/L 的三级标准溶液。过 0.45 μm 滤膜, 待测。

4.2 样品的制备

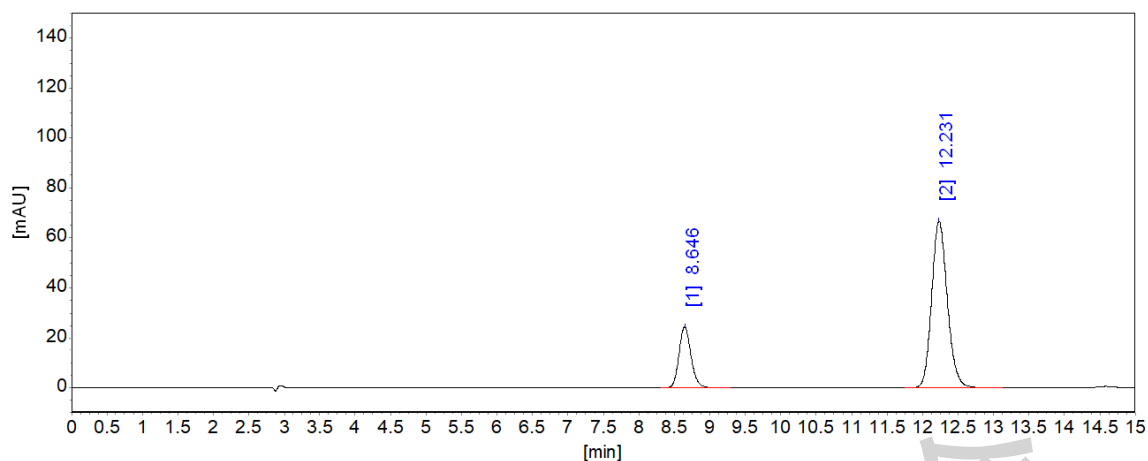
称取样品烯啶虫胺吡蚜酮 0.1074g (精确至 0.0001g) 于 100ml 容量瓶中, 用流动相溶解并稀释至刻度, 摇匀。用移液管移取上述溶液 400 μL 于 10mL 容量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 待测。

4.3 仪器条件

- 1) 色谱柱: Sunniest C18, 柱长 250 mm, 内径 4.6 mm, 粒径 5 μm ;
- 2) 流动相: 甲醇: 水=25: 75;
- 3) 流速: 1 mL/min;
- 4) 检测器: UV 254nm;
- 6) 柱温: 30 $^{\circ}\text{C}$;
- 6) 进样量: 20 μL ;

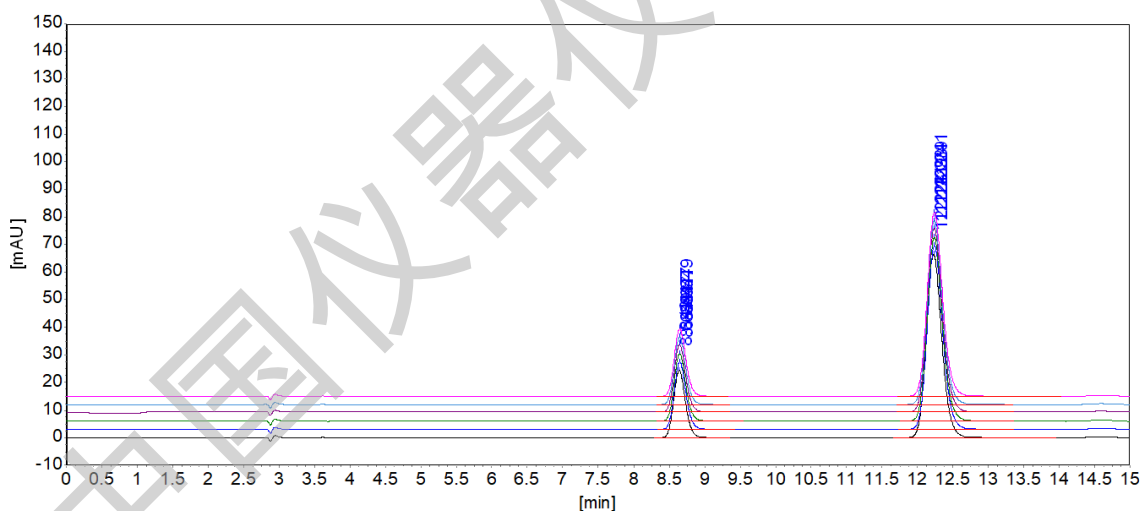
4.4 分析结果

- 1) 烯啶虫胺吡蚜酮标准溶液典型谱图及结果 (二级标准溶液)



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	烯啶虫胺	8.646	285856.3	24534.1	13077	1.145
2	吡蚜酮	12.231	1022131.4	66730.5	15211	1.156

2) 烯啶吡蚜酮标准溶液六针重复性谱图及结果 (二级标准溶液)



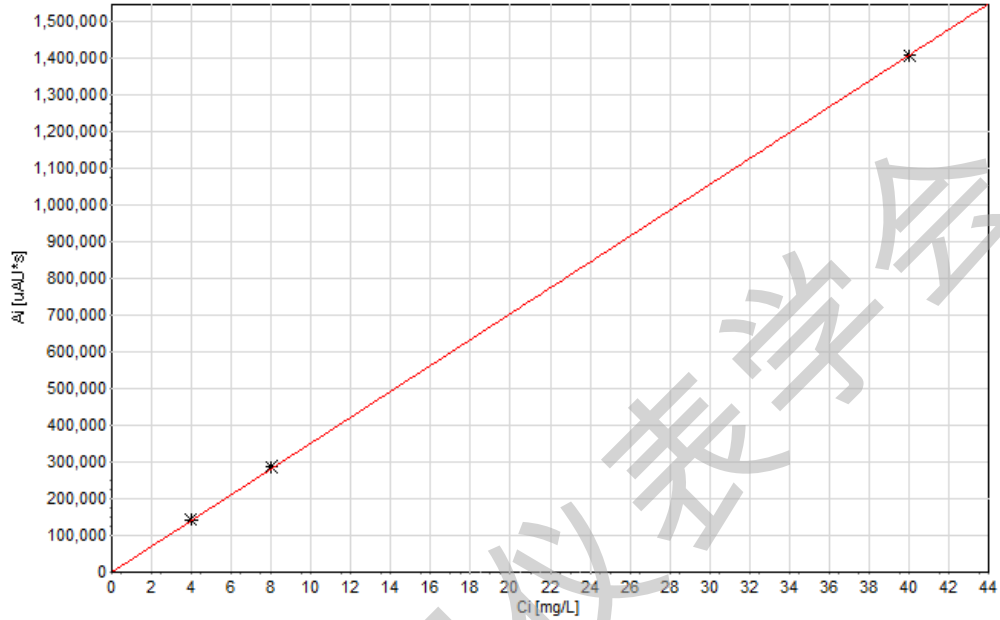
峰序	组分名	平均时间 [min]	时间 RSD%	平均面积 [mAU*s]	面积 RSD%	平均峰高 [mAU]	峰高 RSD%
1	烯啶虫胺	8.647	0.033	285795.6	0.107	24500.3	0.091
2	吡蚜酮	12.238	0.039	1023727.0	0.090	66674.2	0.130

3) 标准曲线

标准曲线的绘制：分别进样浓度（以吡蚜酮计）为 4 mg/L、8 mg/L 和 40 mg/L 的标准系列溶液各 20 μ L，进行 HPLC 分析。然后以峰面积为纵坐标，以目标物的含量为横坐标，绘制标准曲线。

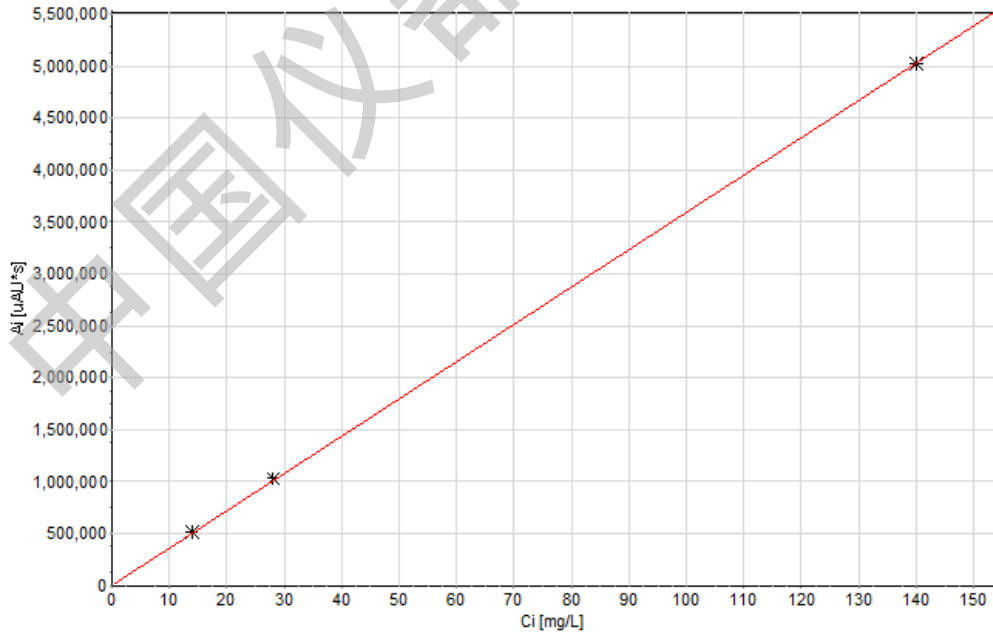
组分[烯啶虫胺]： 曲线方程： $C_i = 2.84241E-005 * A_i$

校正因子： $f_0=0$, $f_1=2.84241E-005$ 相关系数： $r^2 = 0.99997$

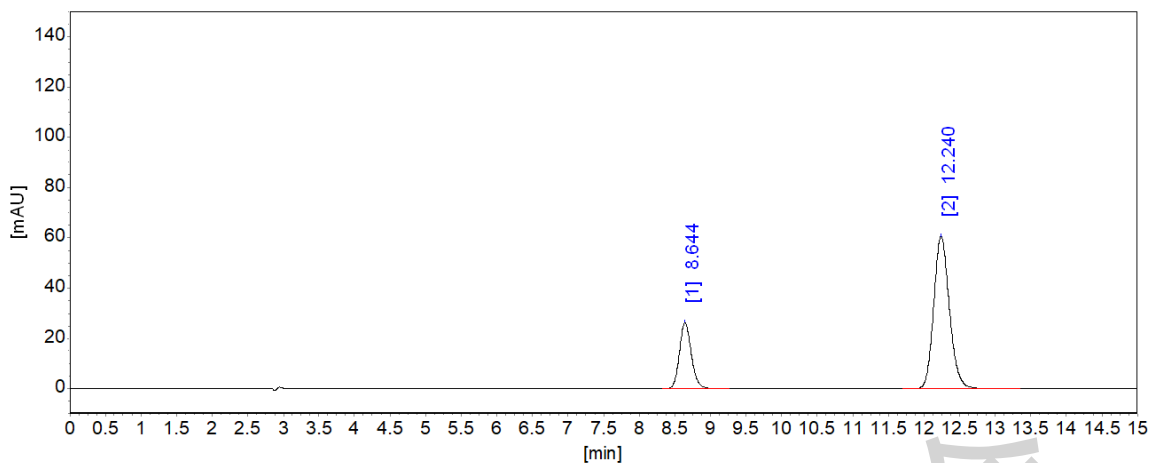


组分[吡蚜酮]： 曲线方程： $C_i = 2.78172E-005 * A_i$

校正因子： $f_0=0$, $f_1=2.78172E-005$ 相关系数： $r^2 = 0.99996$



4) 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]	含量[%]
1	烯啶虫胺	8.644	304031.0	26230.1	20.1159
2	吡蚜酮	12.240	927002.0	60636.1	60.0247

峰序	组分名	保留时间[min]	峰面积[uAU*s]	峰高[uAU]	含量[%]
1	烯啶虫胺	8.648	304645.9	26244.3	20.1566
2	吡蚜酮	12.243	927557.2	60690.8	60.0606

5 实验结果

方法验证结论：烯啶虫胺和吡蚜酮的精密度、线性相关系数、含量汇总如下：

方法评价				
组分名	保留时间/min	峰面积 RSD%	线性相关系数	含量%
烯啶虫胺	8.646	0.11	0.999	20.12~20.16
吡蚜酮	12.231	0.09	0.999	60.02~60.06

由以上实验结果可知，采用福立 LC5090 测定烯啶虫胺和吡蚜酮，方法稳定可靠，目标物线性范围良好，灵敏度较高，有很好的重现性，能够对样品进行准确定量。