

烯啶虫胺的测定

陈卿卿, 蔡赛微

(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, 以甲醇+水为流动相, 使用 C18 为填料的不锈钢和紫外检测器(270nm), 对试样中的烯啶虫胺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; 烯啶虫胺

1 检测方法

依据行业标准: 烯啶虫胺原药 (HG/T5438-2018)。

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, $\geq 98.84\%$

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

准确称取烯啶虫胺标样 0.0971 g (精确至 0.0001g) 于 50ml 容量瓶中, 用甲醇 (3.1) 溶解并稀释至刻度, 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 194.2 mg/L 的烯啶虫胺标准溶液。

4.2 样品的制备

称取烯啶虫胺原药 0.1023g (精确至 0.0001g) 于 50ml 容量瓶中, 用甲醇 (3.1) 溶解并稀

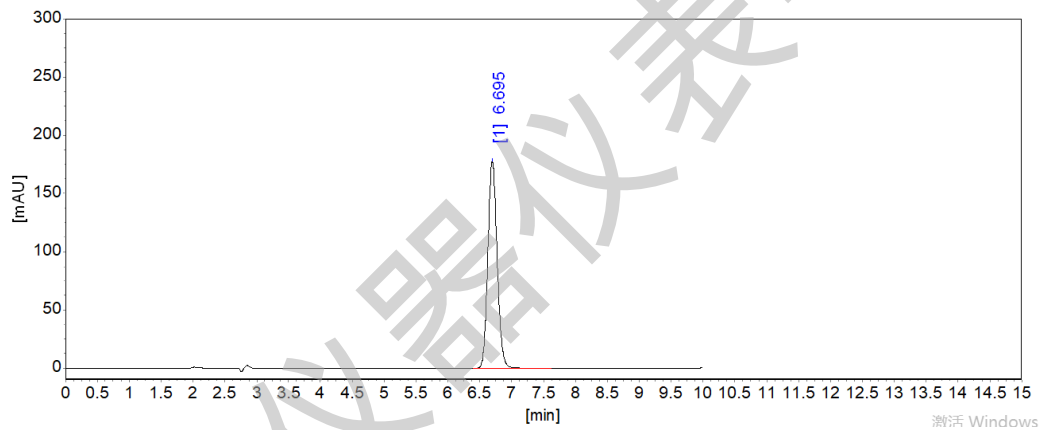
释至刻度，摇匀，用移液管移取上述溶液 5mL 于 50mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀，待测

4.3 仪器条件

- 1) 色谱柱: Sunniest C18, 柱长 250 mm, 内径 4.6 mm, 粒径 5 μm ;
- 2) 流动相: 甲醇: 水=30: 70;
- 3) 流速: 1 mL/min;
- 4) 检测器: UV 270nm;
- 5) 柱温: 25 $^{\circ}\text{C}$;
- 6) 进样量: 5 μL ;

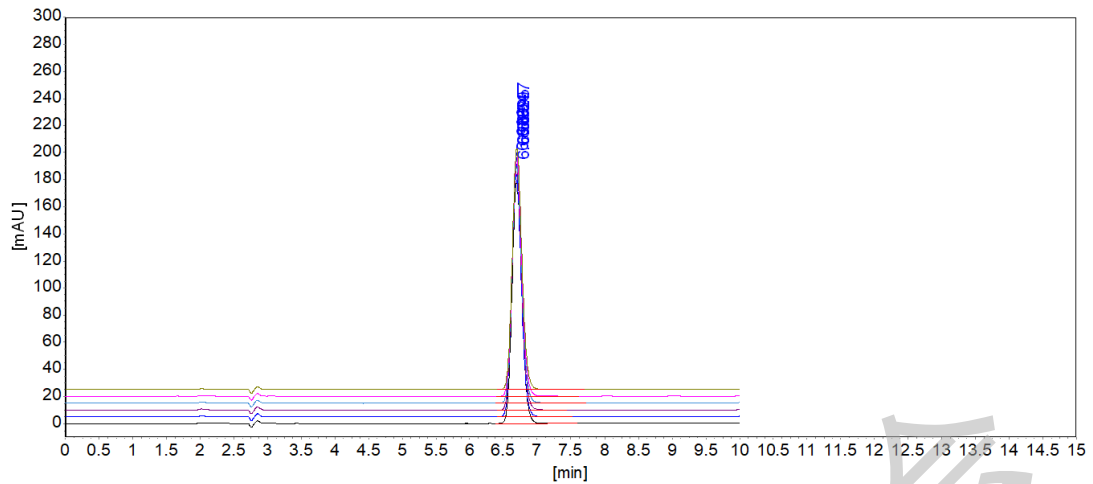
4.4 分析结果

- 1) 烯啶虫胺标准溶液典型谱图及结果 (194.2 mg/L)



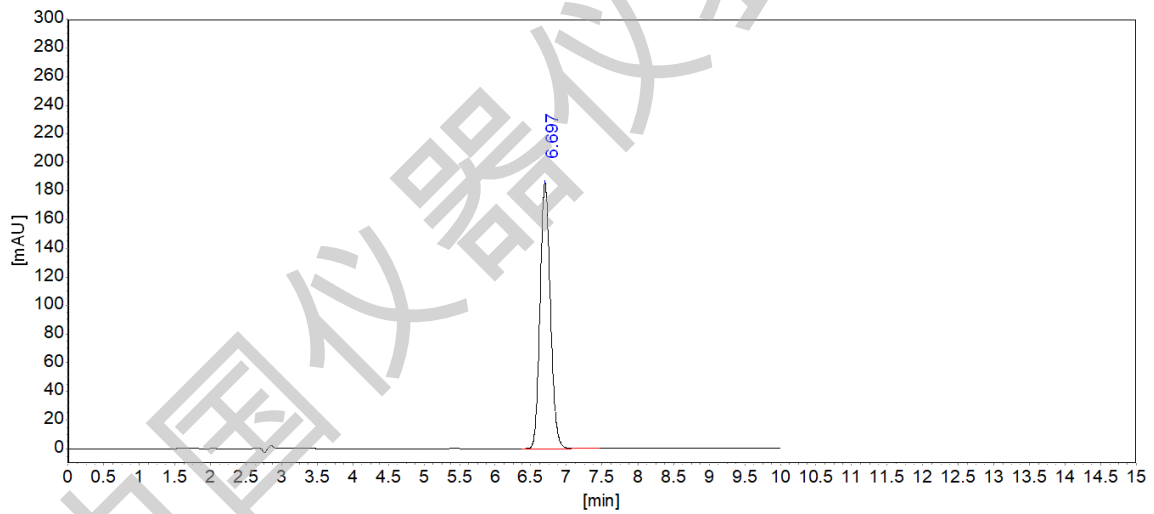
峰序	组分名	保留时间 [min]	峰面积 [uAU*s]	峰高[uAU]	理论塔板	拖尾因子
1	烯啶虫胺	6.694	1797018.5	177614.6	10263	1.122

- 2) 烯啶虫胺标准溶液六针重复性谱图及结果 (194.2 mg/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	烯啶虫胺	6.693	0.041	1801444.9	0.196	178538.3	0.382

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	烯啶虫胺	6.697	1871992	185473.4	41172	1.121

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	6.696	1871633	186129.5	41195	1.115

4) 样品含量计算

标样质量/g	0.0971
标样质量分数/%	98.84
样品质量/g	0.1015
第一针标样面积/[uAU*s]	1800331.5
第一针样品面积/[uAU*s]	1871992
第二针样品面积/[uAU*s]	1871633
第二针标样面积/[uAU*s]	1797018.5
样品含量/%	98.40

中国仪器仪表教学网