

# 苜蓿磺隆可湿性粉剂检测方法分析报告

赵倩

(浙江福立分析仪器股份有限公司, 浙江省温岭市 317500)

**摘要:** 样品用氨水甲醇溶液溶解, 以乙腈+水+冰乙酸为流动相, 使用 C18 填料的色谱柱和紫外检测器。对试样中的苜蓿磺隆进行分离和测定。

**关键词:** 液相色谱法; 检测方法; 苜蓿磺隆

## 1 检测方法

依据国家标准《GB23558-2009 苜蓿磺隆可湿性粉剂》

## 2 试剂和材料

### 2.1 试剂

- 1) 乙腈: 色谱纯;
- 2) 冰乙酸: HPLC 专用;
- 3) 水: 娃哈哈纯净水;
- 4) 氨水: 含量 25%~28%;
- 5) 氨水溶液: 氨水: 水=1: 300;
- 6) 氨水甲醇溶液: 氨水溶液: 甲醇=1: 4;

### 2.2 材料与仪器

- 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) 色谱柱: Sunniest C18 柱, 4.60 mm \* 150 mm, 粒径为 5.0  $\mu\text{m}$ ;
- 3) 分析天平: 精度 0.0001 g;
- 4) 过滤器: 滤膜孔径约 0.45  $\mu\text{m}$
- 5) 移液管: 5 mL;
- 6) 50 mL 容量瓶若干;
- 7) 标准品: 苜蓿磺隆标准品: 纯度 99.60%。

## 3 溶液配制

### 3.1 标准溶液的制备

苜蓿磺隆标准溶液 (500 mg/L): 准确称取苜蓿磺隆标准品 0.025 g (精确到 0.0002 g), 置于 50 mL 容量瓶中, 用氨水甲醇溶液稀释至刻度, 超声波振荡 5 min, 使试样溶解, 冷却至室温, 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

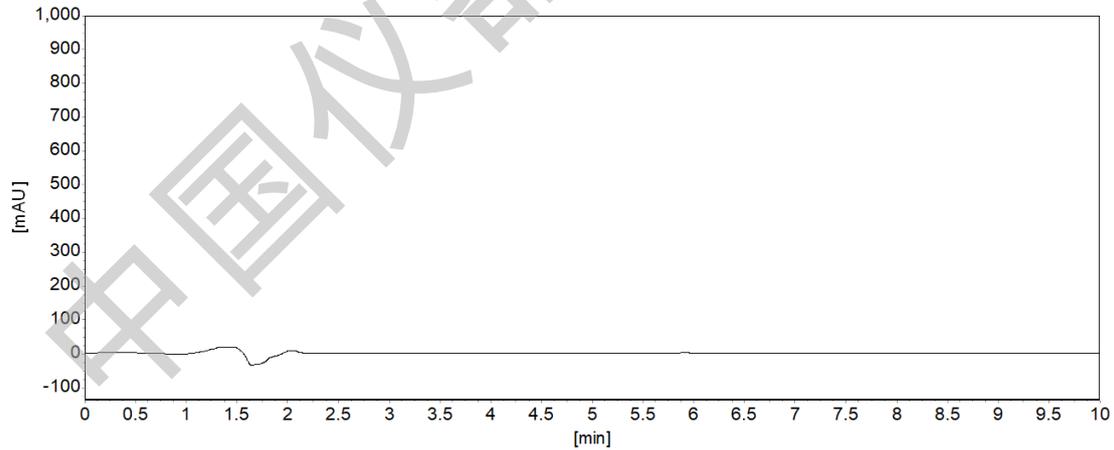
称取含苜蓿磺隆 0.025 g 的试样 (精确到 0.0002 g), 置于 50 mL 容量瓶中, 用氨水甲醇溶液稀释至刻度, 超声波振荡 5 min, 使试样溶解, 冷却至室温, 摇匀。经 0.45  $\mu\text{m}$  微孔滤膜后, 待进样。

## 4 仪器条件

- 1) 色谱柱: Sunniest C18, 柱长 150 mm, 内径 4.6 mm, 粒径 5  $\mu\text{m}$ ;
- 2) 流动相: 乙腈: 水: 冰乙酸=50: 50: 0.16;
- 3) 流速: 1.0 mL/min;
- 4) 检测器: UV 254 nm;
- 5) 柱温: 室温;
- 6) 进样量: 5  $\mu\text{L}$ 。

## 5 分析结果

### 5.1 空白谱图



### 5.2 标样典型谱图

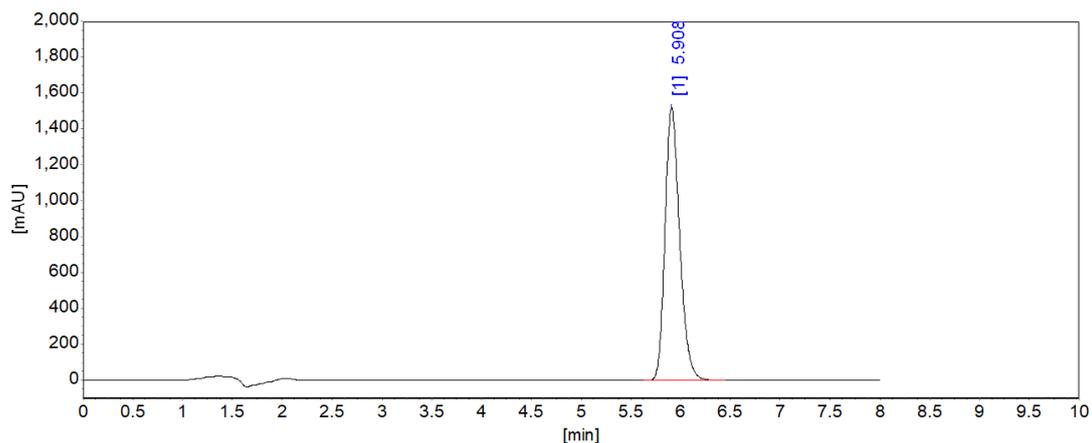


图 1 苯嘧磺隆标准溶液谱图 (500 mg/L)

名称	t/min	峰面积/uAU*s	峰高 /uAU	拖尾因子	理论塔板
苯嘧磺隆	5.908	15500996.7	1519865.0	1.239	8043

1、苯嘧磺隆

5.3 重复性实验

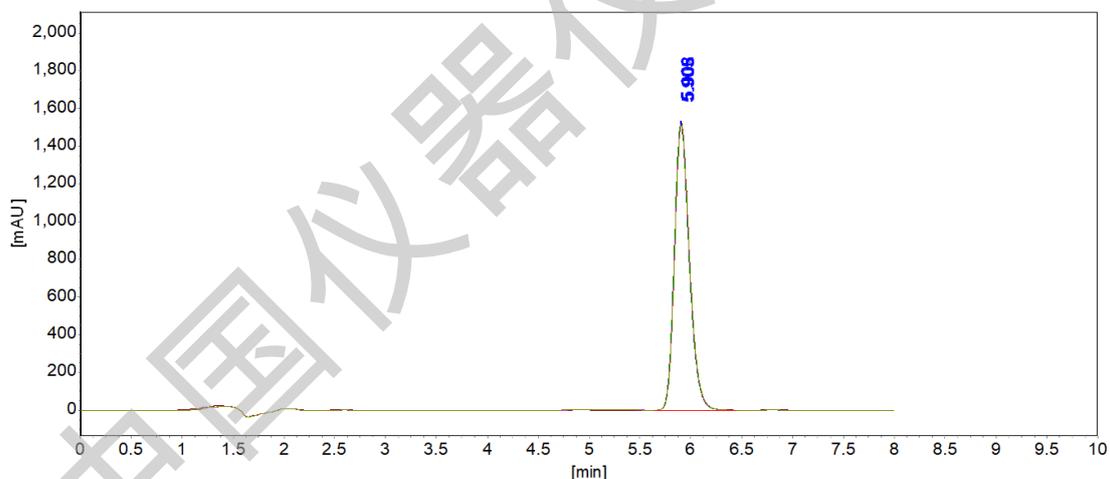


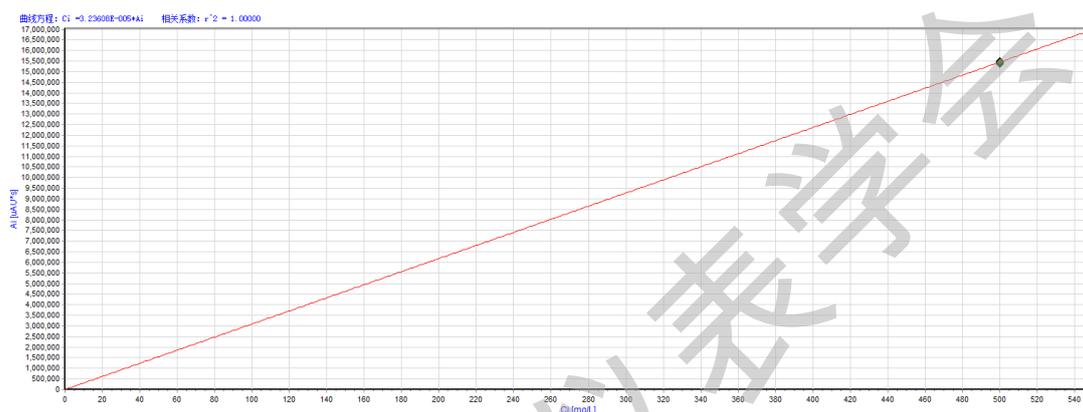
图 2 苯嘧磺隆标准溶液重复性谱图 (500 mg/L)

名称	序号	t/min	峰面积 /uAU*s	峰高 /uAU
苯嘧磺隆	1	5.908	15500996.7	1519865.0
	2	5.902	15464239.7	1519707.7
	3	5.905	15375561.7	1507316.1
	4	5.905	15416652.1	1512441.3

5	5.906	15477497.6	1517218.4
6	5.908	15469540.3	1516584.6
平均值	5.906	15450781.3	1515522.2
RSD%	0.034	0.298	0.319

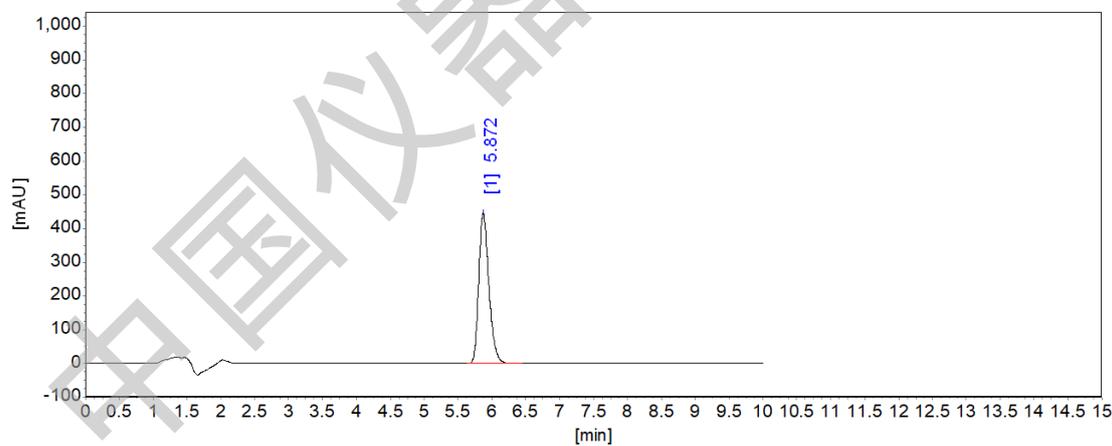
## 5.4 标准曲线

标准曲线绘制：重复进样 6 次苄嘧磺隆浓度为 500 mg/L 的标准溶液 5  $\mu$ 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 苄嘧磺隆可湿性粉剂谱图及 2 针分析结果

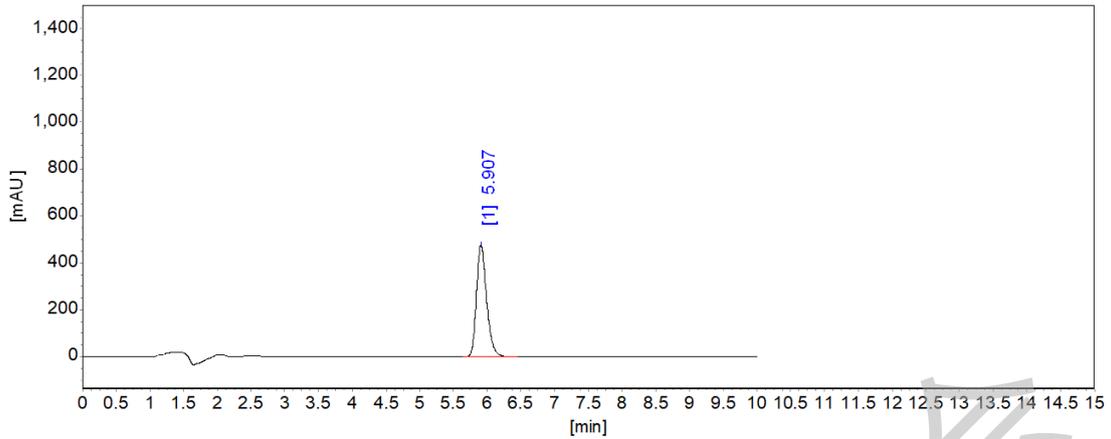
1) 含量 30% 的苄嘧磺隆可湿性粉剂谱图及 2 针分析结果



名称	序号	t/min	峰面积/	峰高/	含量/%	平均含量/%
苄嘧磺隆	1	5.870	4621139.9	446909.8	29.00	28.96
	2	5.894	4631088.9	446007.0	28.91	

由以上实验结果可知，样品 2 次平行测定结果之差为 0.09%，小于标准规定的 0.5%，满足标准要求。最终测定可湿性粉剂中苄嘧磺隆含量为 28.96%，在允许的误差范围 30% $\pm$ 1.5%内。

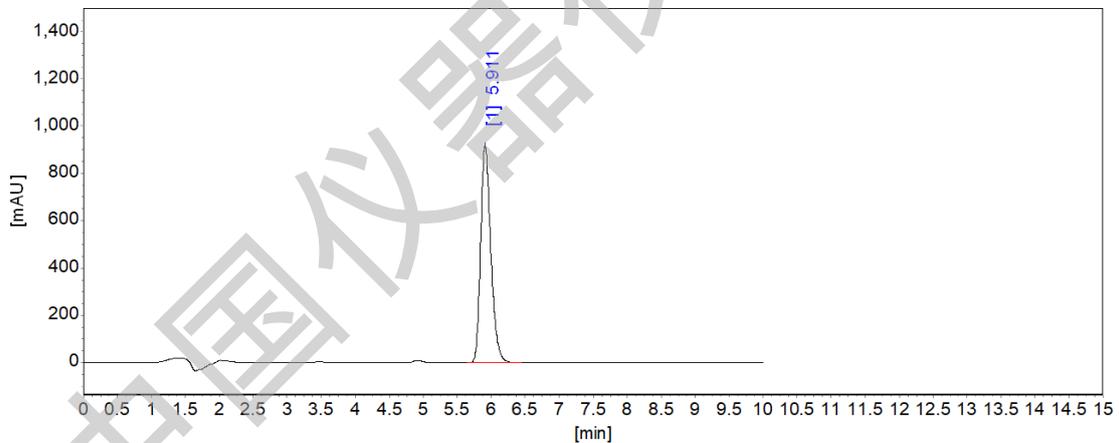
2) 含量 32%的苜蓿磺隆可湿性粉剂谱图及 2 针分析结果



名称	序号	t/min	峰面积/	峰高/	含量/%	平均含量/%
苜蓿磺隆	1	5.907	4939962.3	477908.5	31.64	31.59
	2	5.908	4953422.9	478508.5	31.53	

由以上实验结果可知，样品 2 次平行测定结果之差为 0.11%，小于标准规定的 0.5%，满足标准要求。最终测定可湿性粉剂中苜蓿磺隆含量为 31.59%。

3) 含量 60%的苜蓿磺隆可湿性粉剂谱图及 2 针分析结果



名称	序号	t/min	峰面积/	峰高/	含量/%	平均含量/%
苜蓿磺隆	1	5.906	9524787.2	920790.1	60.19	60.44
	2	5.907	9652068.4	931608.2	60.68	

由以上实验结果可知，样品 2 次平行测定结果之差为 0.49%，小于标准规定的 0.5%，满足标准要求。最终测定可湿性粉剂中苜蓿磺隆含量为 60.44%。