

# 氟雷拉纳类似物的含量测定 研究报告

项目单位：上海生农生化制品股份有限公司

2026 年 6 月

# 氟雷拉纳类似物的含量测定研究报告

## 1 实验部分

### 1.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以 C<sub>18</sub> 为填料的不锈钢柱和可调波长紫外检测器，在波长 265 nm 下对试样中的氟雷拉纳类似物进行高效液相色谱分离，外标法定量。

### 1.2 试剂和溶液

甲醇：色谱级。

水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

氟雷拉纳类似物标样：已知质量分数且不低于 96.0%。

### 1.3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外可见检测器。

色谱柱：150 mm×4.6 mm（内径）不锈钢柱，内装 C<sub>18</sub>、5 μm 填充物（或具有同等效果的色谱柱）。

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm。

超声波清洗器。

### 1.4 高效液相色谱操作条件

流动相梯度洗脱条件：

时间 min	水（V/V） %	甲醇（V/V） %
0.0	34	66
28.0	34	66
28.1	5	95
33.0	5	95
35.1	34	66

流速：1.8 mL/min。

柱温：30 °C。

检测波长：265 nm。

进样体积：5 μL。

保留时间：氟雷拉纳类似物 1 约 20.8 min，氟雷拉纳类似物 2 约 23.3 min。

上述操作参数是典型的，可根据不同仪器特点对给定的操作参数做适当调整，以期获得最佳效果。

### 1.5 测定步骤

#### 1.5.1 标样溶液的制备

称取 0.05g（精确至 0.0001 g）氟雷拉纳类似物标样，置于 100 mL 容量瓶中，加入适量甲醇，超声振荡至溶解，冷却至室温，用甲醇定容，摇匀。

### 1.5.2 试样溶液的制备

称取含0.05 g（精确至0.0001 g）氟雷拉纳类似物的试样于100 mL容量瓶中，加入适量甲醇，超声振荡10 min，冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀，过滤。

注1：对于低含量固体样品，称样量对定容体积有影响的，应采用添加定量溶剂法。

注2：部分剂型需采用特殊的前处理方法，如颗粒剂、片状制剂等不均匀固体制剂通常需要研磨后再取样。

### 1.5.3 方法特异性确认

在测定前，按NY/T 2887—2016中3.3.1 a) 进行特异性确认。如不能达到要求，可根据不同仪器特点，对给定的操作参数作适当调整，直至方法特异性确认通过。

### 1.5.4 测定

在上述操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针氟雷拉纳类似物峰面积相对变化小于 1.2%后，按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

## 1.6 计算

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中的氟雷拉纳类似物峰面积分别进行平均，试样中氟雷拉纳类似物的质量分数按式（1）计算：

$$w_I = \frac{A_2 \times m_1 \times w}{A_1 \times m_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$w_1$ ——试样中氟雷拉纳类似物的质量分数，%；

$A_2$ ——试样溶液中氟雷拉纳类似物峰面积的平均值；

$m_1$ ——标样的质量的数值，单位为克（g）；

$w$ ——标样溶液中氟雷拉纳类似物的质量分数，%；

$A_1$ ——标样溶液中氟雷拉纳类似物峰面积的平均值；

$m_2$ ——试样的质量的数值，单位为克（g）。

## 2 试验条件的选择

本品种暂无现行国家标准、行业标准及法定公开质量标准可参考，无法直接照搬法定标准色谱条件。

为确保检测条件的普适性与方法的可扩展性，在开发氟雷拉纳类似物 1、氟雷拉纳类似物 2 的检测方法时，引入原型化合物氟雷拉纳作为参考组分，与目标物氟雷拉纳类似物 1、氟雷拉纳类似物 2 同步优化。

若方法能实现氟雷拉纳、氟雷拉纳类似物 1、氟雷拉纳类似物 2 的三者的基线分离，说明流动相的选择性和分离度已达到最优，可有效降低后续因结构类似物干扰导致假阳性或定量偏差的风险。同时，该方案也可后续氟雷拉纳及其类似物的组分检测提供统一方法，降低重复开发检测条件的工作量。

### 2.1.1 波长的选择

取氟雷拉纳类似物对照品溶液，采用 DAD 检测器在 210 nm~400 nm 范围内进行全波长扫描。结果显示，该类物质在 265 nm 处具有最大特征吸收峰；210 nm 处为末端吸收，

易受溶剂、辅料及杂质干扰。综合检测灵敏度、基线稳定性、线性范围等因素，最终确定检测波长为 265 nm，对应的紫外光谱见图 1、图 2。

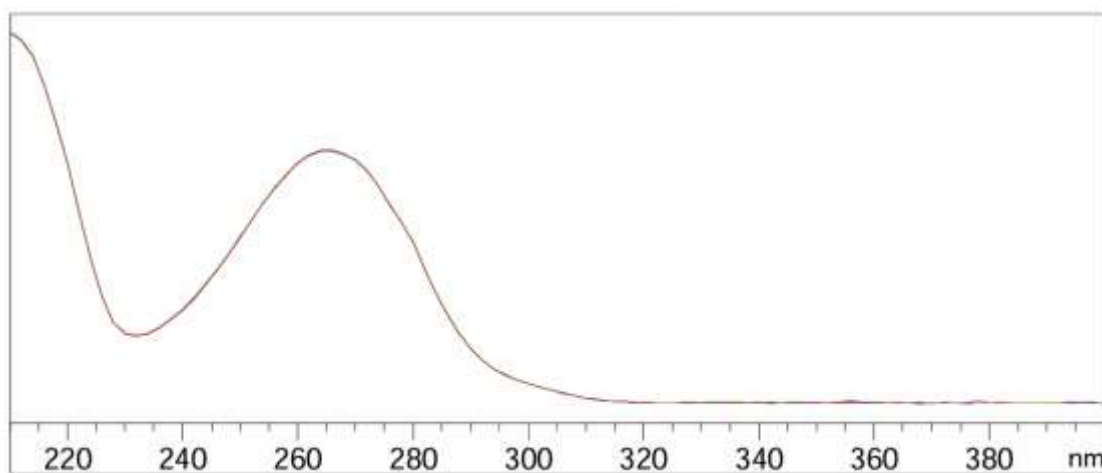


图1 氟雷拉纳类似物 1 紫外吸收图谱

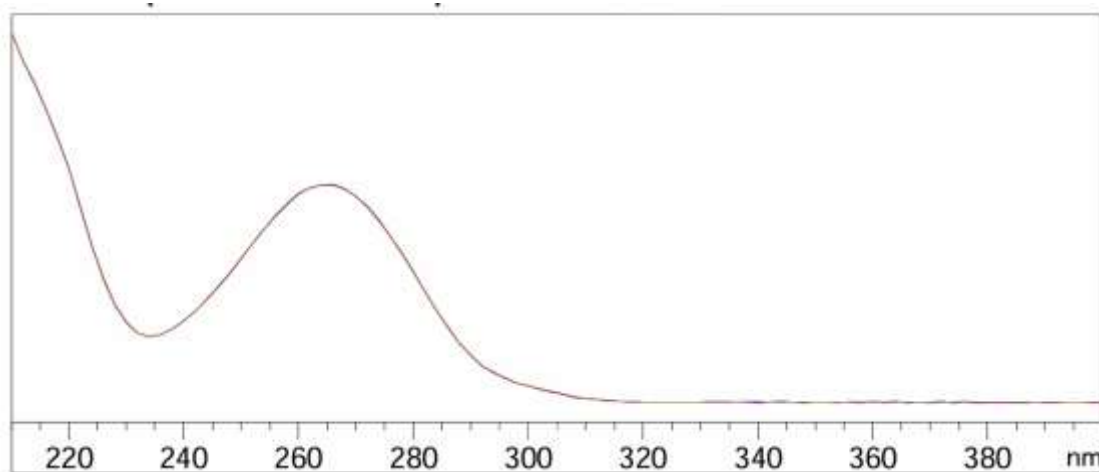


图2 氟雷拉纳类似物 2 紫外吸收图谱

### 2.1.2 柱温的选择

参考反相  $C_{18}$  色谱通用试验条件， $C_{18}$  色谱柱常规适用温度区间 25~35 °C。为控制试验变量、简化方法优化，本方法固定柱温 30 °C，将方法开发优化重心集中于流动相配比。

### 2.1.3 色谱柱的选择

为缩短单针分析时长、优化出峰时间，在既定流动相体系下，选用150mm色谱柱进行检测。该规格色谱柱可在保证分离效果的前提下，有效提升分析效率。

### 2.1.4 流速的选择

先后考察 1.0 mL/min、1.5 mL/min、1.8 mL/min 等不同流速条件，初始色谱柱为 250mm，为缩短检测时长、优化分析效率，更换为 150 mm  $C_{18}$  色谱柱，继续调试流速：对比后确定流速 1.8 mL/min，该条件下色谱柱承压在色谱柱允许使用压力范围内，氟雷拉纳、氟雷拉纳类似物 1、氟雷拉纳类似物 2 分离度合适、保留时间适中，峰形良好；常规液相检测流速多以 1.0 mL/min 左右为主，2.0 mL/min 流速易造成柱压偏高、综合兼顾分离效果、柱压与检

测效率，最终确定流速 1.8 mL/min。

2.1.5 流动相的选择

表1 氟雷拉纳类似物三元体系 250mm 色谱柱结果表

序号	甲醇：乙腈：水	流速ml/min	柱温℃	波长nm	保留时间min	分离度
1	43:43:14	1.0	30	265	4.7~5.7	1.4/1.0
2	42:42:16	1.0	30	265	5.4~6.8	1.3/1.2
3	41:41:18	1.0	30	265	6.5~7.7	1.1/1.5
4	40:40:20	1.0	30	265	7.8~9.3	0.7/1.7
5	39:39:22	1.0	30	265	9.4~11.3	0.3/2.0
6	38:38:24	1.0	30	265	11.8~14.0	峰重合
7	37:37:26	1.0	30	265	14.5~17.3	峰重合
8	36:36:28	1.0	30	265	18.0~21.5	0.6/2.1
9	35:35:30	1.0	30	265	22.5~27.5	1.2/1.9
10	34.5:34.5:31	1.0	30	265	25.5~31.0	1.4/1.7
11	34:34:32	1.0	30	265	29.0~35.5	1.7/1.6
12	33.5:33.5:33	1.0	30	265	33.0~40.0	2.0/1.5
13	33:33:34	1.0	30	265	34.5~42.0	2.1/1.4
14	32:32:36	1.0	30	265	44.8~55.0	2.7/1.1
15	31:31:38	1.0	30	265	56.0~69.0	2.5/0.5
16	30:30:40	1.5	30	265	51.0~66.0	峰重合
17	29:29:42	1.5	30	265	68.0~89.5	峰重合

表2 氟雷拉纳类似物三元体系 150mm 色谱柱结果表

三元体系-150mm色谱柱						
序号	甲醇：乙腈：水	流速ml/min	柱温℃	波长nm	保留时间min	分离度
1	34+34+32	1.0	30	265	30.2/32.1/34.0	1.7/1.6
2	34+34+32	1.0	30	265	18.4/19.6/20.8	1.6/1.5
3	34+34+32	1.5	30	265	12.0/12.7/13.5	1.4/1.4

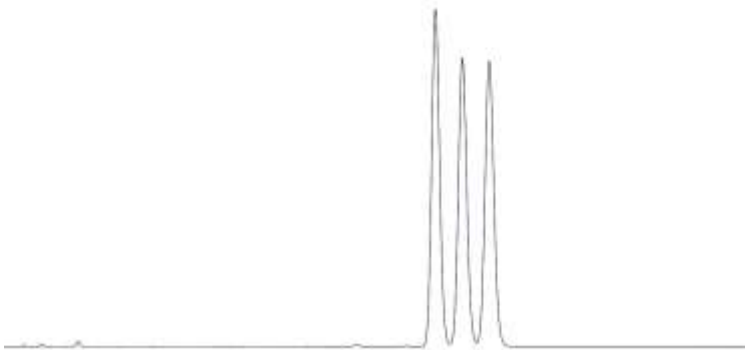


图3 氟雷拉纳类似物混标三元体系 250mm 序号 11 色谱谱图



图4 氟雷拉纳类似物混标三元体系 150mm 序号 2 色谱图

表3 氟雷拉纳类似物乙腈体系 250mm 色谱柱结果表

序号	乙腈：水	流速ml/min	柱温℃	波长nm	保留时间min	分离度
1	80:20	1.0	30	265	4.8~5.6	峰重合
2	75:25	1.0	30	265	6.5~7.3	峰重合
3	70:30	1.0	30	265	8.5~10.0	峰重合
4	65:35	1.0	30	265	12.5~14.5	1.0/0.6
5	60:40	1.0	30	265	19.5~22.5	峰重合
6	55:45	1.0	30	265	32.0~38.5	2.9/0.4
7	50:50	1.0	30	265	50.0~62.0	3.2/1.1
9	46:54	1.8	30	265	52~68	2.7/1.4
11	44:56	1.8	30	265	70~95	3.0/1.8
12	42:58	1.8	30	265	100~140	3.2/2.1

表4 氟雷拉纳类似物乙腈体系 150mm 色谱柱结果表

序号	乙腈： 水	流速 ml/min	柱温℃	波长 nm	保留时间min (氟雷/类似物1/类似物2)	分离度
1	42:38	1.8	30	265	62.3/71.0/77.4	3.3/2.1
2	42:38	2.5	30	265	46.3/52.8/57.6	3.1/2.0

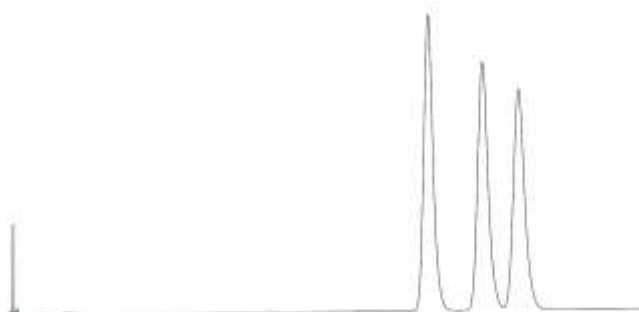


图5 氟雷拉纳类似物混标乙腈体系 250mm 序号 11 色谱图



图6 氟雷拉纳类似物混标三元体系 150mm 序号 2 色谱图

表5 氟雷拉纳类似物甲醇体系 250mm 色谱柱结果表

甲醇体系-250mm色谱柱						
序号	甲醇：水	流速 ml/min	柱温℃	波长nm	保留时间min (氟雷/类似物1/类似物2)	分离度
1	85:15	1.0	30	265	6.8/5.9/6.3	峰重合
2	80:20	1.0	30	265	10.3/10.0/11.7	峰重合
3	75:25	1.5	30	265	12.3/12.3/14.4	峰重合
4	70:30	1.5	30	265	25.1/26.6/30.3	无数据
5	67:33	1.5	30	365	38.3/42.1/47.3	1.9/2.4
6	65:35	1.5	30	265	53.7/60.4/67.0	2.8/2.5

表6 氟雷拉纳类似物甲醇体系 150mm 色谱柱结果表

甲醇体系-150mm色谱柱						
序号	甲醇：水	流 速 ml/min	柱温℃	波 长 nm	保留时间min (氟雷/类似物1/类似物2)	分离度
1	67:33	1.8	30	265	14.5/15.7/17.7	1.5/2.4
2	66:34	1.8	30	265	18.9/20.8/23.3	1.8/2.1

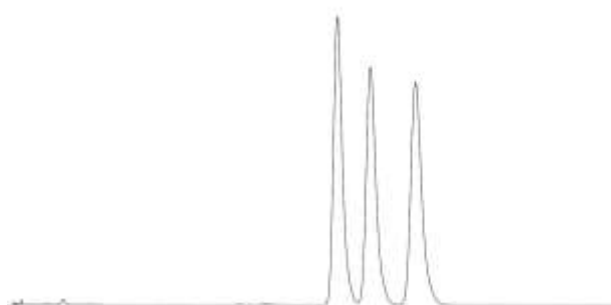


图7 氟雷拉纳类似物混标甲醇体系 250mm 序号 5 色谱图

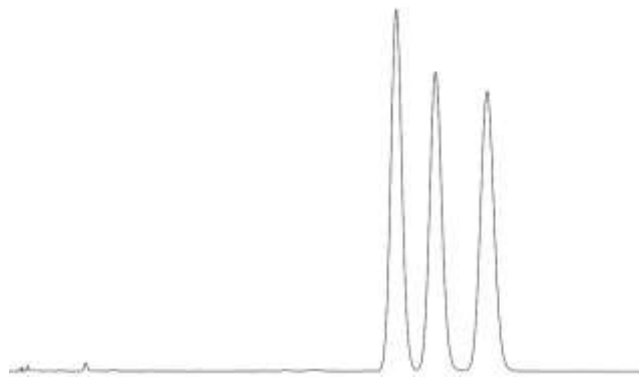


图8 氟雷拉纳类似物混标三元体系 150mm 序号 2 色谱图

先后考察甲醇-水、乙腈-水二元体系及甲醇-乙腈-水三元体系三类流动相，对比发现， $\psi$ （甲醇：水）=66:34 作为流动相时，该条件下，氟雷拉纳类似物能完全分离的情况下且氟雷拉纳类似物色谱峰峰形较好，保留时间相较于另外两组体系较短。

为进一步优化分析时长，在选定流动相条件下，考察了色谱柱长度与流速的影响，最终选用150 mm 色谱柱，流速设定为 1.8 mL/min，目标峰时长控制在 20~24 min，兼顾分离效果与检测效率。

为消除不同样品基质、待测组分残留带来的干扰，采用95%甲醇冲洗5 min，降低样品间交叉影响，保障方法稳定性与重现性。

### 3 实验结果与讨论

#### 3.1 特异性 HPLC

本试验中选择 15%啶虫脒-哒螨灵微乳剂和 25%联苯菊酯乳油作为方法确认的代表性样品。代表性样品选择基于以下原则：色谱方法测得的样品目标峰纯度 $\geq 999$ 。

本试验采用 HPLC-DAD 峰纯度分析法来鉴别氟雷拉纳类似物。如图 9 和 10，从色谱图可以清晰的看出，氟雷拉纳类似物 1 和氟雷拉纳类似物 2 出峰处无其它物质干扰，符合定量分析要求。

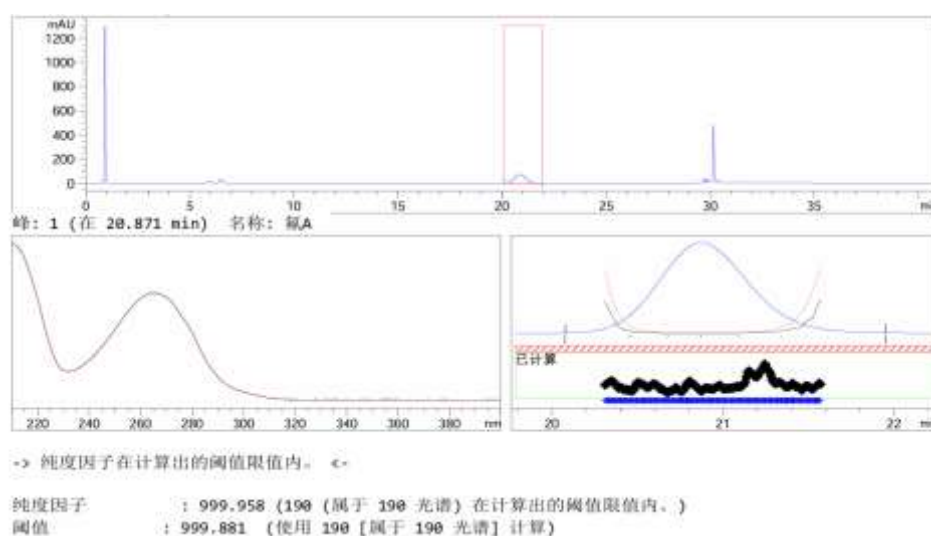


图9 15%啶虫脒-哒螨灵微乳剂（氟雷拉纳类似物 1）样品中 HPLC-DAD 峰纯度色谱图



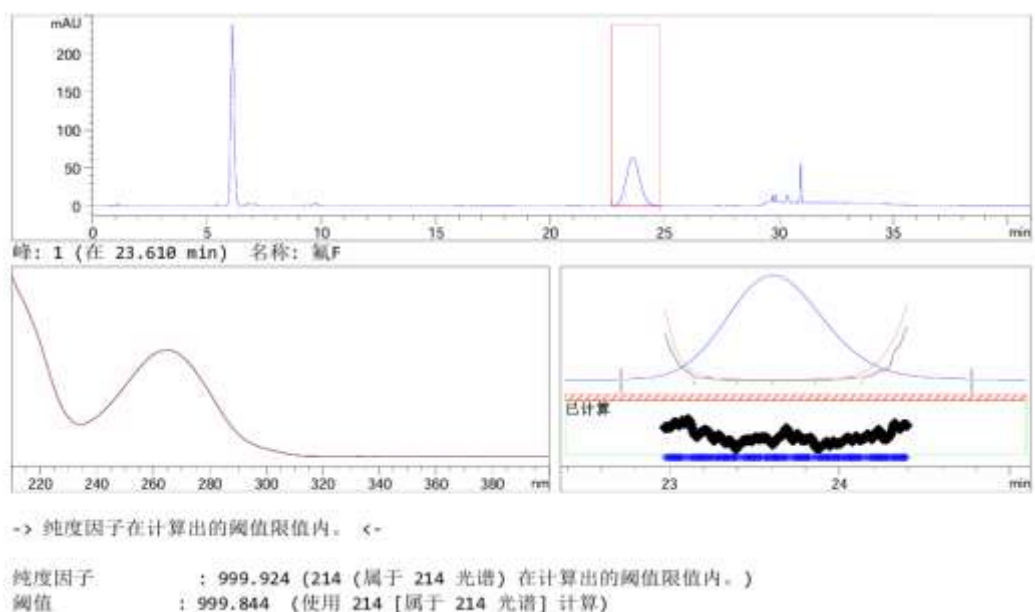


图10 25%联苯菊酯乳油（氟雷拉纳类似物 2）中 HPLC-DAD 峰纯度色谱图

### 3.2 线性关系试验

按1.5.1标样溶液的制备方法配制6个不同浓度的有效成分线性相关溶液，分别标记为Lin-1至Lin-6。在上述操作条件下，待仪器稳定后，按照Lin-1至Lin-6的顺序测定每个溶液中氟雷拉纳类似物的峰面积。以氟雷拉纳类似物质量浓度为横坐标，峰面积为纵坐标绘制标准曲线，结果见表7、8、图13、14。

表7 氟雷拉纳类似物 1 线性关系测定结果表

编号	质量浓度, mg/L	峰面积	相关系数
Lin-1	50	285.8826	R <sup>2</sup> =0.9999
Lin-2	100	572.4563	
Lin-3	250	1413.4969	
Lin-4	500	2850.7386	
Lin-5	750	4246.1162	
Lin-6	1250	7177.5475	

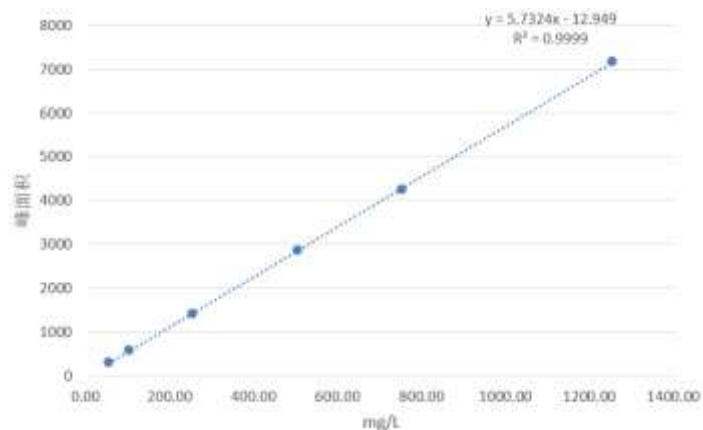


图11 氟雷拉纳类似物 1 标准工作曲线

从表 7 和图 13 可以看出在上述操作条件下，当氟雷拉纳类似物 1 质量浓度在 50 mg/L~1250 mg/L 之间，与相应的峰面积具有良好的线性关系，计算得回归方程为  $y = 5.7324x - 12.949$ ，相关系数  $R^2=0.9999$ ，可以满足定量分析要求；本方法中氟雷拉纳类似物 1 标样质量浓度为 500mg/L（进样体积 5 $\mu$ L）。

表8 氟雷拉纳类似 2 物线性关系测定结果表

编号	质量浓度, mg/L	峰面积	相关系数
Lin-1-1	50	294.5512	$R^2=1$
Lin-2-1	100	588.0951	
Lin-3-1	250	1466.4006	
Lin-4-1	500	2927.5349	
Lin-5-1	750	4430.6819	
Lin-6-1	1250	7324.3672	

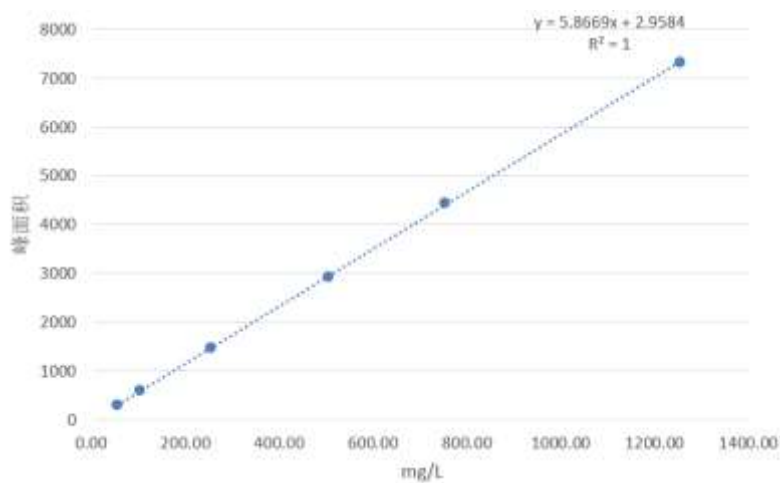


图12 氟雷拉纳类似物 2 标准工作曲线

从表 8 和图 14 可以看出在上述操作条件下，当氟雷拉纳类似物 2 质量浓度在 50 mg/L~

1250 mg/L 之间，与相应的峰面积具有良好的线性关系，计算得回归方程为  $y = 5.8669x + 2.9584$ ，相关系数  $R^2=1$ ，可以满足定量分析要求；本方法中氟雷拉纳类似物 2 标样质量浓度为 500mg/L（进样体积 5 $\mu$ L）。

### 3.3 精密度试验

#### 3.3.1 15%啶虫脒-吡蚜灵微乳剂

按 1.5.2 试样溶液的制备方法配制 5 个 15%啶虫脒-吡蚜灵微乳剂精密度溶液，分别标记为 1 至 5，平行称取两份等量对照品，配制成同一理论浓度的两份对照溶液，作为平行双点标准品标记为标 1 和标 2。

表9 15%啶虫脒-吡蚜灵微乳剂中氟雷拉纳类似物 1 的精密度结果

编号	称样质量, g	峰面积	氟雷拉纳类似物质量分数, %
标 1	0.05078	2893.4605	98.6%
标 2	0.05088	2899.3658	98.6%
1	1.0645	2946.2843	4.79
2	1.0616	2948.6945	4.81
3	1.0668	2956.1694	4.79
4	1.0689	2951.4771	4.78
5	1.0642	2929.9166	4.76
氟雷拉纳类似物 1 质量分数数据统计		最大值, %	4.81
		最小值, %	4.76
		极差, %	0.05
		平均值, %	4.79
		标准偏差, %	0.02
		变异系数 RSD, %	0.38

从表 9 可以看出，15%啶虫脒-吡蚜灵微乳剂中氟雷拉纳类似物 1 质量分数测定结果的 RSD 为 0.38%，小于 NY/T 2887-2016 中 3.2.1C) 公式  $2^{(1-0.51\log C)} \times 0.67 = 2.12$ ，表明有效成分分析方法精密度的测定结果符合要求。

#### 3.3.2 25%联苯菊酯乳油

按 1.5.2 试样溶液的制备方法配制 5 个 25%联苯菊酯乳油精密度溶液，分别标记为 1 至 5，平行称取两份等量对照品，配制成同一理论浓度的两份对照溶液，作为平行双点标准品标记为标 1-1 和标 2-1。

表10 25%联苯菊酯乳油中氟雷拉纳类似物 2 的精密度结果

编号	称样质量, g	峰面积	氟雷拉纳类似物质量分数, %
标 1	0.05060	2889.4657	96.8%
标 2	0.05000	2857.9334	96.8%
1-1	0.8296	3001.4077	6.13
2-1	0.8474	3068.3040	6.13
3-1	0.8324	3022.4511	6.15

4-1	0.8294	3001.9664	6.13
5-1	0.8298	2973.2362	6.07
氟雷拉纳类似物 2 质量分数数据统计		最大值, %	6.15
		最小值, %	6.07
		极差, %	0.08
		平均值, %	6.12
		标准偏差, %	0.03
		变异系数 RSD, %	0.50

从表 10 可以看出, 25%联苯菊酯乳油中氟雷拉纳类似物 2 质量分数测定结果的 RSD 为 0.50%, 小于 NY/T 2887-2016 中 3.2.1C) 公式  $2^{(1-0.51\log C)} \times 0.67 = 2.04$ , 表明有效成分分析方法精密度的测定结果符合要求。

### 3.4 准确度

#### 3.4.1 15%啶虫脒-哒螨灵微乳剂

根据 NY/T 2887-2016 中 3.2.2C) 添加回收率 1: 1, 称取约 0.53 g (精确至 0.0001 g) 15%啶虫脒-哒螨灵微乳剂样品于 100mL 容量瓶中, 再加入含量为 98.6%氟雷拉纳类似物标样约 0.025g (精确至 0.00001 g), 按 1.5.2 试样溶液的制备方法配制 5 个有效成分准确度溶液, 标记为 H1~H5。

以有效成分线性相关溶液标 1 和标 2 为标样溶液, 在上述操作条件下, 待仪器基线稳定后进行测定, 结果见表 11。

表11 15%啶虫脒-哒螨灵微乳剂中氟雷拉纳类似物 1 准确度试验结果

溶液名称	样品称量质量, g	标样称量质量, g	实测质量, g	峰面积	回收率, %	平均回收率, %
H-1	0.025368	0.025113	0.050567	2923.5854	100.34	99.65
H-2	0.026034	0.024660	0.050597	2923.3871	99.61	
H-3	0.025804	0.025005	0.050596	2923.1066	99.15	
H-4	0.025262	0.024827	0.049898	2884.7285	99.23	
H-5	0.025176	0.024975	0.050135	2898.2514	99.93	

从表 11 可以看出 15%啶虫脒-哒螨灵微乳剂中氟雷拉纳类似物 1 加标平均回收率 99.65%, 具有良好的准确度。

#### 3.4.2 25%联苯菊酯乳油

根据 NY/T 2887-2016 中 3.2.2C) 添加回收率 1: 1, 称取约 0.41 g (精确至 0.0001 g) 25%联苯菊酯乳油样品于 100mL 容量瓶中, 再加入含量为 96.8%氟雷拉纳类似物标样约 0.025g (精确至 0.00001 g), 按 1.5.2 试样溶液的制备方法配制 5 个有效成分准确度溶液, 标记为 H1~H5。

以有效成分线性相关溶液标 1 和标 2 为标样溶液, 在上述操作条件下, 待仪器基线稳定后进行测定, 结果见表 12。

表12 25%联苯菊酯乳油中氟雷拉纳类似物 2 准确度试验结果

溶液名称	样品称量质量, g	标样称量质量, g	实测质量, g	峰面积	回收率, %	平均回收率, %
H-1-1	0.025588	0.025178	0.050939	3007.6428	100.69	100.37
H-2-1	0.024706	0.025207	0.050065	2954.0764	100.60	
H-3-1	0.025881	0.025323	0.051148	3017.4562	99.78	
H-4-1	0.025453	0.025468	0.050943	3006.3860	100.08	
H-5-1	0.024890	0.025362	0.050433	2977.7000	100.72	

从表 4 可以看出 25%联苯菊酯乳油中氟雷拉纳类似物 2 加标平均回收率为 100.37%, 具有良好的准确度。

### 3.5 定量限 (LOQ)

待测样品无对应空白基质, 本标准曲线最低浓度为 5 mg, 该浓度下目标物信噪比大于 10。采用该浓度标准品添加至待测样品中开展试验, 结果见表 13 和表 14。

表13 15%啉虫脒-啉螨灵微乳剂中氟雷拉纳类似物 1 LOQ 试验结果

溶液名称	样品称量质量, g	加标量, g	实测质量, g	峰面积	氟雷拉纳类似物质量分数, %	回收率, %
C1	0.025330	0.00500	0.030480	1761.7981	5.71	103.01
C2	0.025593	0.00500	0.030848	1781.5538	5.72	105.10
C3	0.025277	0.00500	0.030524	1763.1660	5.73	104.94
C4	0.024573	0.00500	0.029837	1724.9824	5.76	105.28
C5	0.024601	0.00500	0.029975	1731.5421	5.78	107.47
氟雷拉纳类似物 1 数据统计					平均回收率%	105.16
					平均质量分数%	5.74
					RSD%	0.51

定量限加标回收试验共测 5 个平行样品, 回收率范围为 103.01%~107.47%, 平均回收率 105.16%, RSD 是 0.51%。

表14 25%联苯菊酯乳油中氟雷拉纳类似物 2 LOQ 试验结果

溶液名称	样品称量质量, g	加标量, g	实测质量, g	峰面积	氟雷拉纳类似物质量分数, %	回收率, %
C1-1	0.025392	0.00500	0.030359	1790.9688	7.23	99.34
C2-1	0.024847	0.00500	0.030085	1774.6757	7.32	104.76
C3-1	0.025520	0.00500	0.030806	1819.0001	7.30	105.71
C4-1	0.025080	0.00500	0.030446	1795.9220	7.34	107.33
C5-1	0.025790	0.00500	0.030999	1830.7763	7.27	104.19
氟雷拉纳类似物 2 数据统计					平均回收率%	104.27
					平均质量分数%	7.29
					RSD%	0.59

定量限加标回收试验共测定 5 个样品, 回收率范围为 99.34%~107.33%, 平均回收率 104.27%, RSD 是 0.59%。

3.6 实验室间协同验证结果

将用于建立方法的 15%氟雷拉纳类似物微乳剂、20%氟雷拉纳类似物水分散粒剂样品发送至其他 3 家协同验证单位，按照已建立的方法进行协同验证试验。协同验证试验应在 2 个不同日期对样品含量进行重复测定，每次测定应当日制备标样溶液和 2 个试样溶液，按照标样溶液、试样溶液 1、试样溶液 1、标样溶液、试样溶液 2、试样溶液 2、标样溶液的顺序进行测定，分别计算试样 1 和试样 2 的结果，每个样品 2 个不同日期测定得到 4 个结果。

各单位试验操作条件见表 8，试验结果见表 9~10，数据统计结果见表 11。

表15 各单位的协同验证试验操作条件

单位名称	试验操作条件		
	色谱柱：		
	流动相梯度洗脱条件：		
	时间 min	XX（V/V） %	0.1%甲酸溶液（V/V） %
流速：			
柱温：			
检测波长：			
进样体积：			

	色谱柱：		
	流动相梯度洗脱条件：		
	时间 min	XX（V/V） %	0.1%甲酸溶液（V/V） %
流速：			
柱温：			
检测波长：			
进样体积：			

	色谱柱： 流动相梯度洗脱条件：		
	时间 min	XX (V/V) %	0.1%甲酸溶液 (V/V) %
流速： 柱温： 检测波长： 进样体积：			

	色谱柱： 流动相：		
	时间 min	XX (V/V) %	0.1%甲酸溶液 (V/V) %
流速： 柱温： 检测波长： 进样体积：			

表16 15%啉虫脒-啉螨灵微乳剂中氟雷拉纳类似物 1 协同验证试验结果

单位名称	Day1（氟雷拉纳类似物质量分数，%）		Day2（氟雷拉纳类似物质量分数，%）		平均值，%	标准偏差，%
	1	2	1	2		
XXX	4.79	4.81	4.83	4.84	4.82	0.46

表17 25%联苯菊酯乳油中氟雷拉纳类似物 2 协同验证试验结果

单位名称	Day1（氟雷拉纳类似物质量分数，%）		Day2（氟雷拉纳类似物质量分数，%）		平均值，%	标准偏差，%
	1	2	1	2		
XXX	6.13	6.13	6.07	6.07	6.10	0.57

表18 各单位协同验证试验数据统计结果

有效成分	15%氟雷拉纳类似物微乳剂中氟雷拉纳类似物	20%氟雷拉纳类似物水分散粒剂中氟雷拉纳类似物
总平均值 Y，%		
试验单位数 p		
重复性标准偏差 S <sub>r</sub> ，%		
再现性标准偏差 S <sub>R</sub> ，%		
重复性限 r		
再现性限 R		
重复性相对标准偏差 RSD <sub>r</sub> ，%		
再现性相对标准偏差 RSD <sub>R</sub> ，%		
霍维茨值 RSD <sub>R</sub> (Hor)，%		

从统计结果看，15% 氟雷拉纳类似物微乳剂中氟雷拉纳类似物再现性相对标准偏差 RSD<sub>R</sub>为 %，20%氟雷拉纳类似物水分散粒剂中氟雷拉纳类似物再现性相对标准偏差RSD<sub>R</sub>为 %，都小于相应的Horwitz公式 $2^{(1-0.51\log C)}$ 理论计算值，表明不同单位间的检测结果符合性良好，本研究报告建立的氟雷拉纳类似物液相色谱分析方法可以满足日常检测工作需要。



## 4 原始谱图

### 4.1 氟雷拉纳类似物 1 线性色谱图

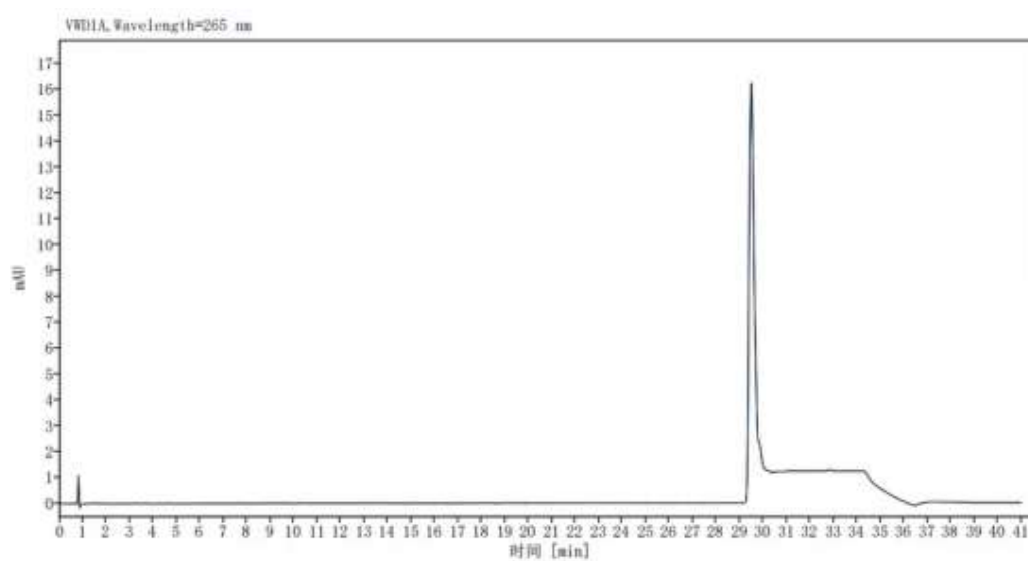


图13 氟雷拉纳类似物 1 空白溶剂高效液相色谱图

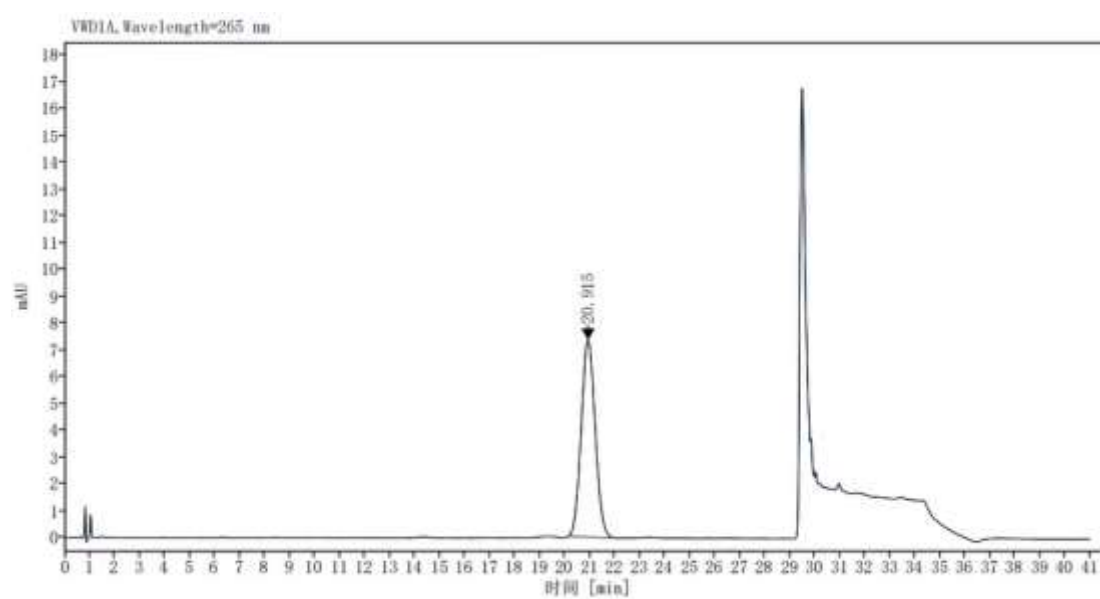


图14 氟雷拉纳类似物 1 线性溶液 Lin-1 高效液相色谱图

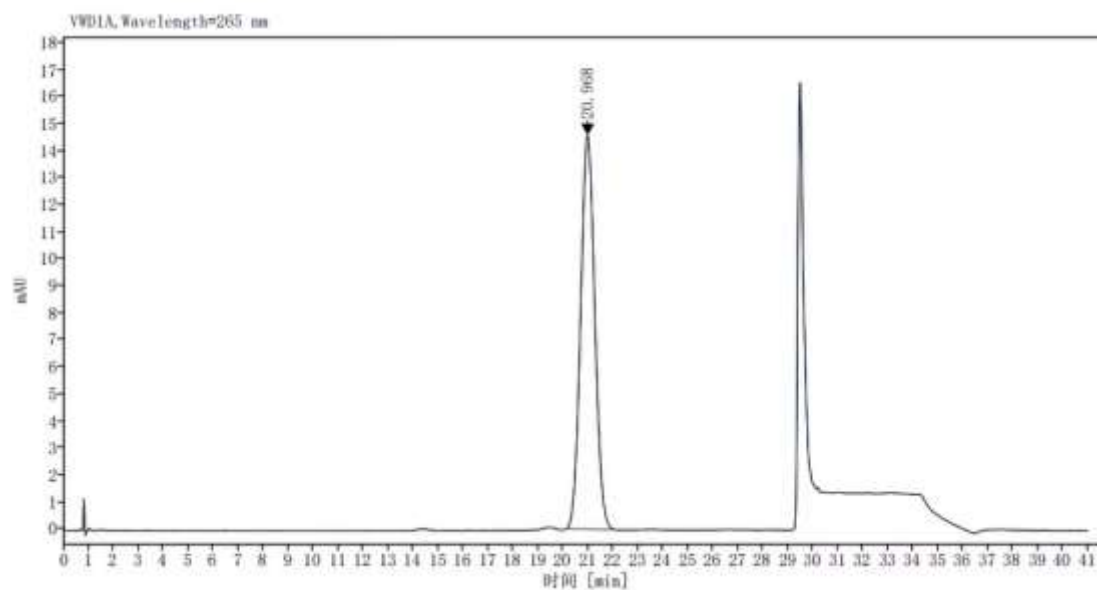


图15 氟雷拉纳类似物 1 线性溶液 Lin-2 高效液相色谱图

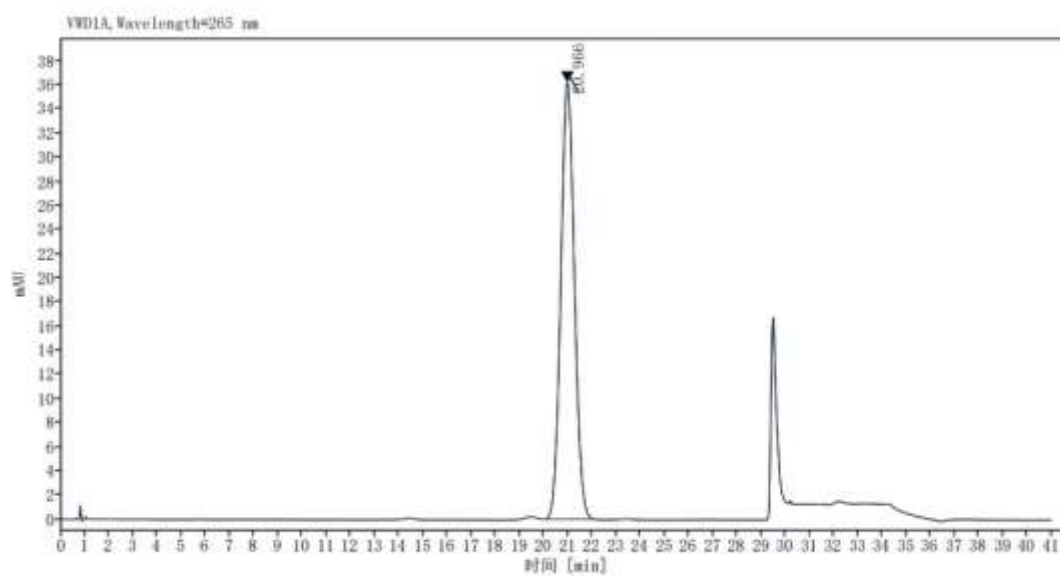


图16 氟雷拉纳类似物 1 线性溶液 Lin-3 高效液相色谱图

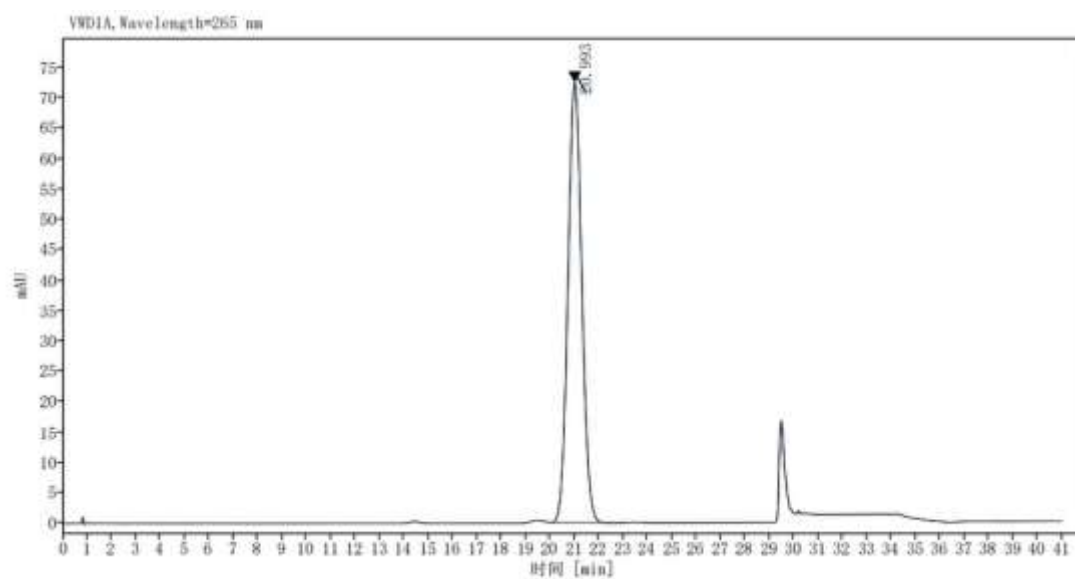


图17 氟雷拉纳类似物 1 线性溶液 Lin-4 高效液相色谱图

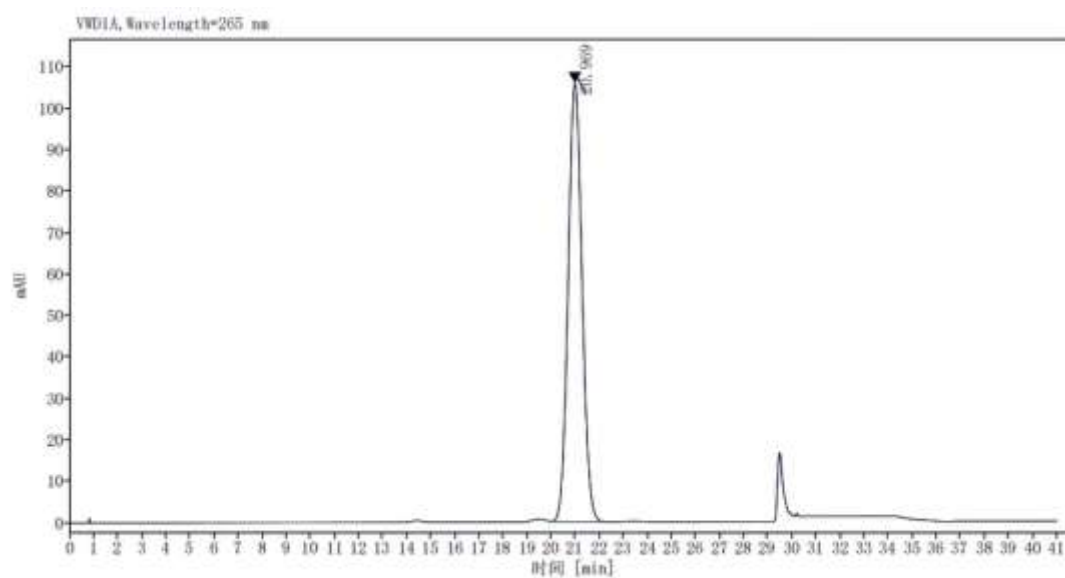


图18 氟雷拉纳类似物 1 线性溶液 Lin-5 高效液相色谱图

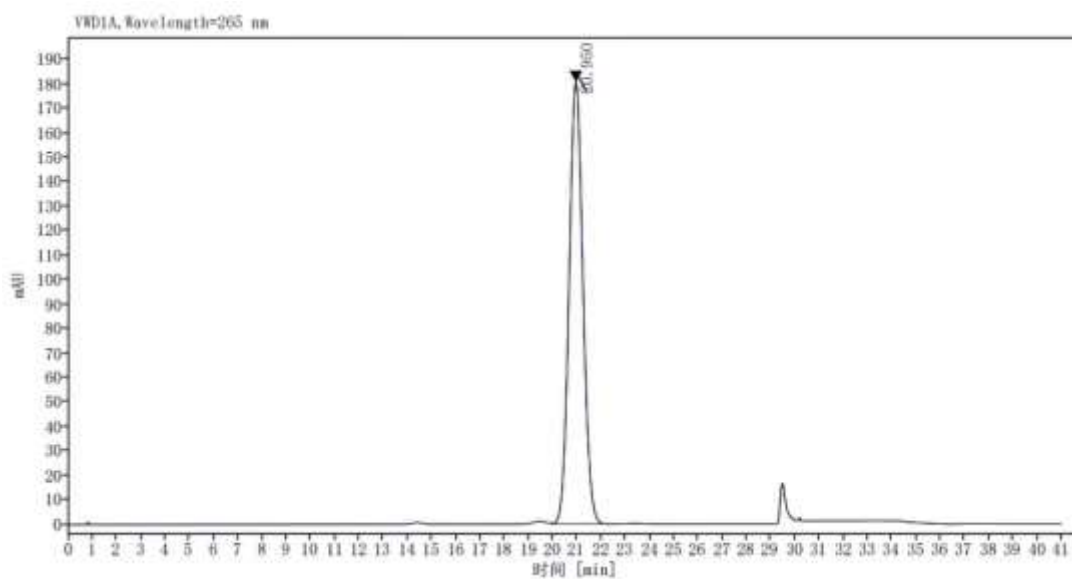


图19 氟雷拉纳类似物 1 线性溶液 Lin-6 高效液相色谱图

#### 4.2 氟雷拉纳类似物 2 线性色谱图

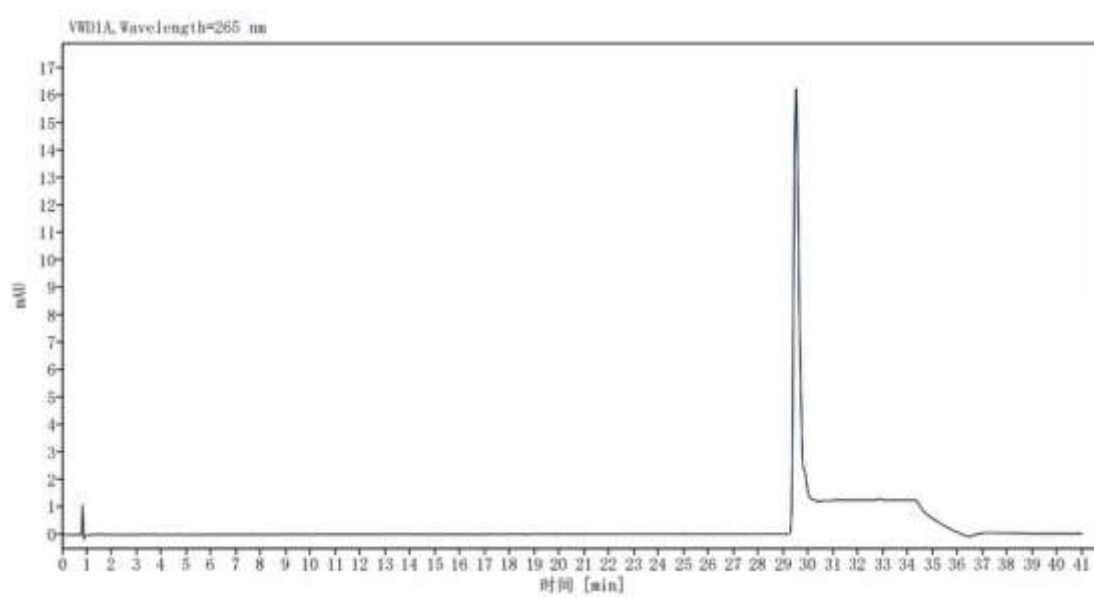


图20 氟雷拉纳类似物 2 空白溶剂液相色谱图

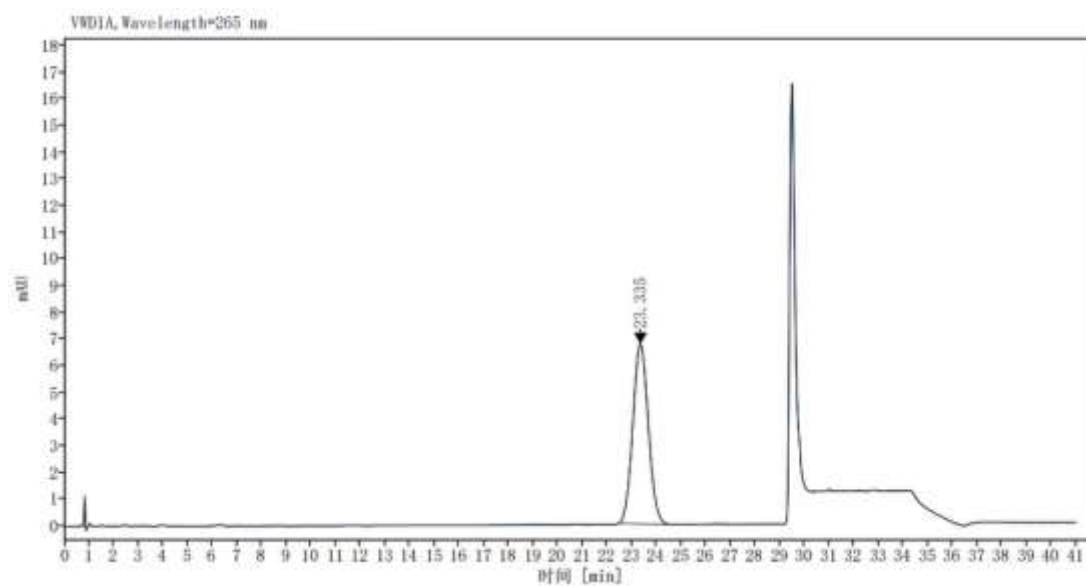


图21 氟雷拉纳类似物 2 线性溶液 Lin-1-1 高效液相色谱图

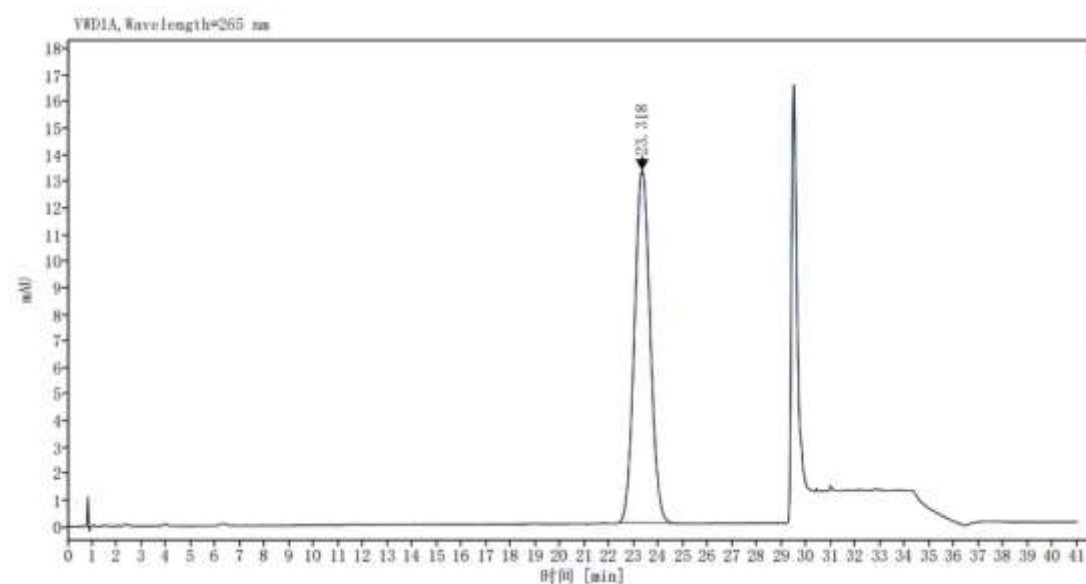


图22 氟雷拉纳类似物 2 线性溶液 Lin-2-2 高效液相色谱图

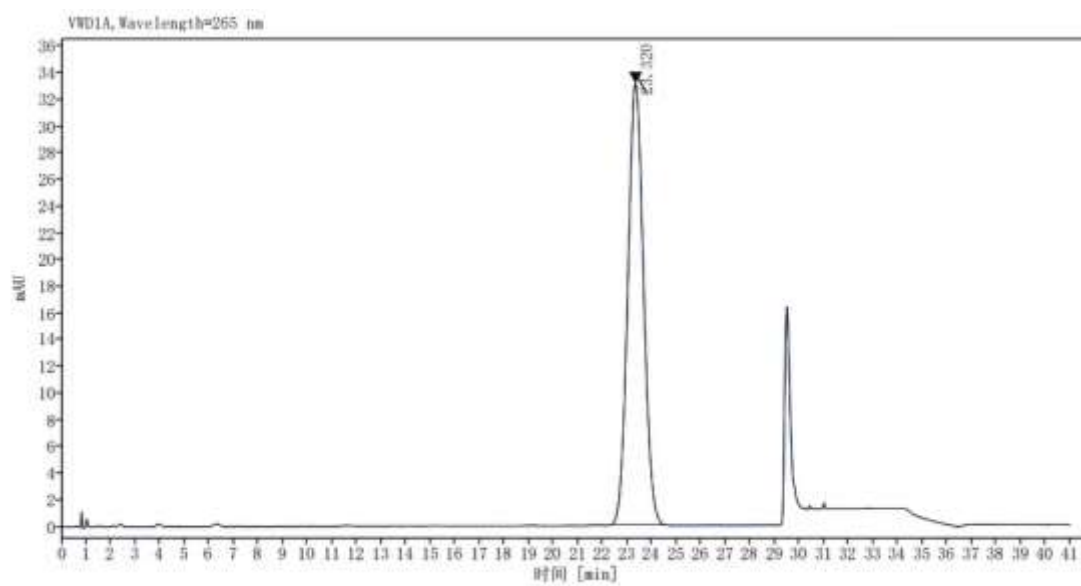


图23 氟雷拉纳类似物 2 线性溶液 Lin-3-3 高效液相色谱图

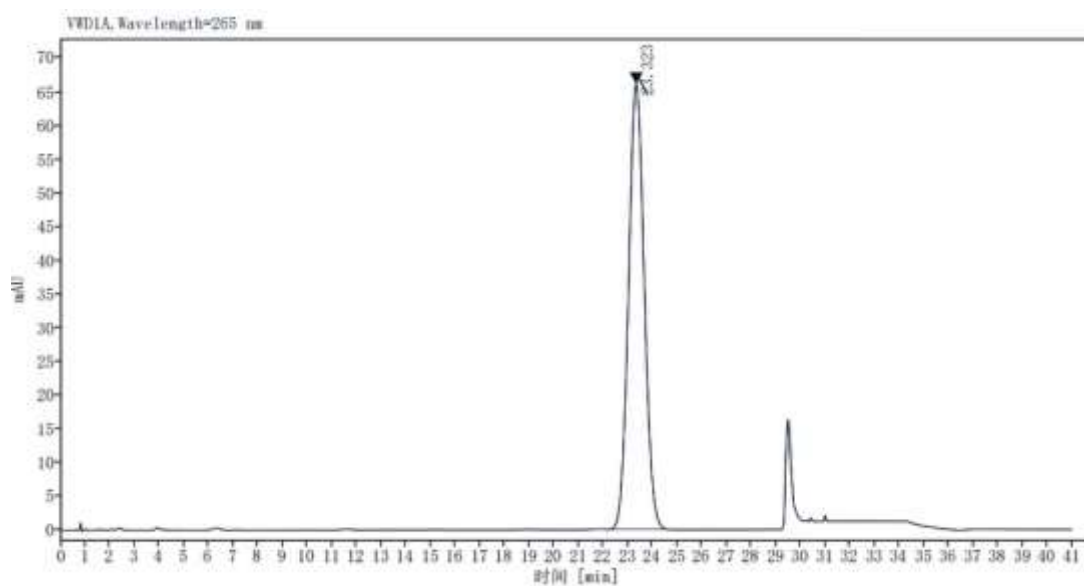


图24 氟雷拉纳类似物 2 线性溶液 Lin-4-4 高效液相色谱图

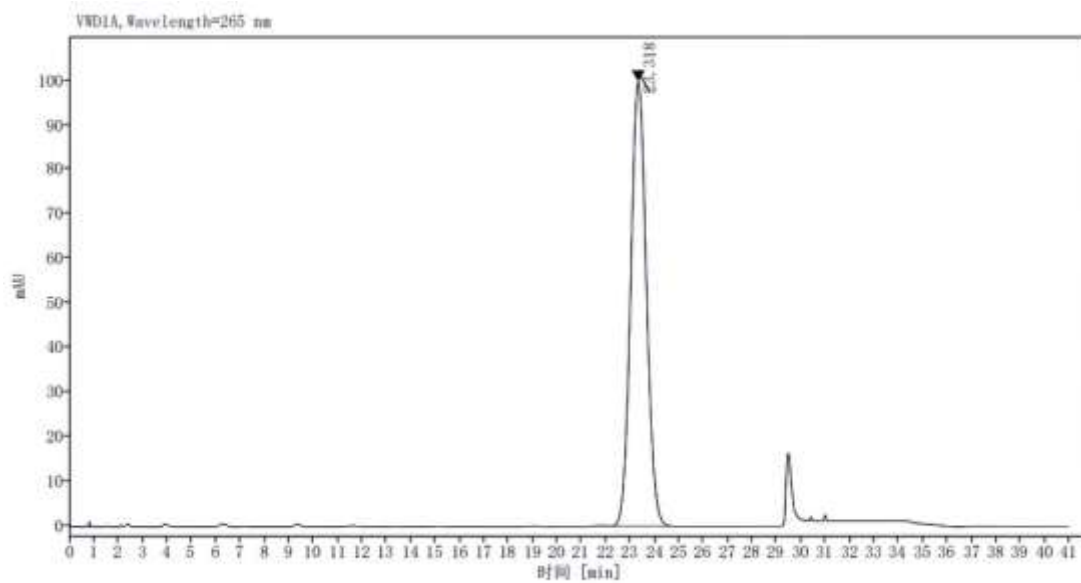


图25 氟雷拉纳类似物 2 线性溶液 Lin-5-5 高效液相色谱图

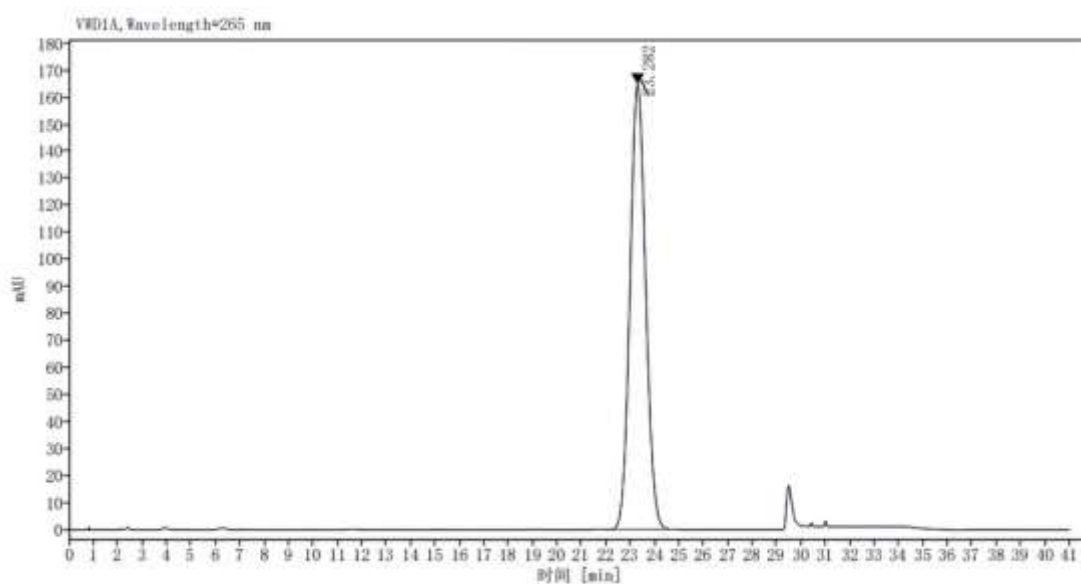


图26 氟雷拉纳类似物 2 线性溶液 Lin-6-6 高效液相色谱图

#### 4.3 15%啮虫脒-吡蚜灵微乳剂精密度色谱图

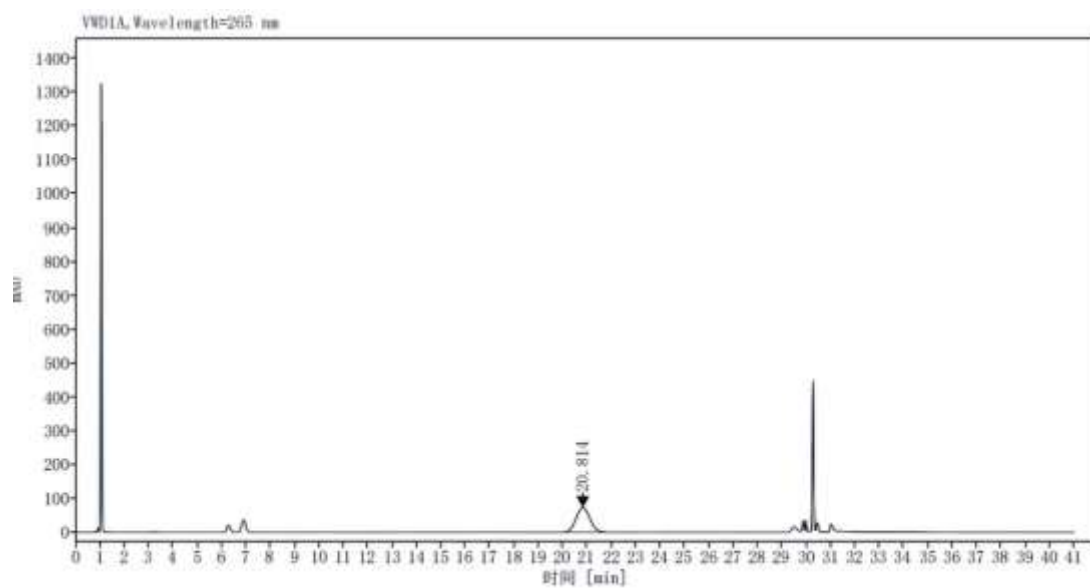


图27 15%啉虫脒-啉虫脒微乳剂精密度溶液 1 高效液相色谱图

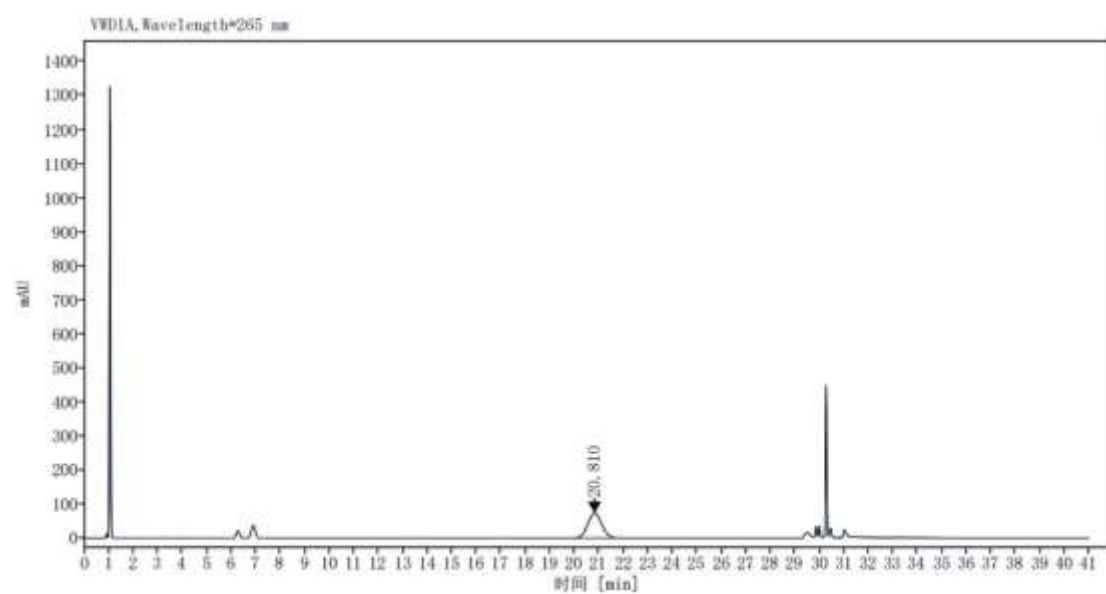


图28 15%啉虫脒-啉虫脒微乳剂精密度溶液 2 高效液相色谱图



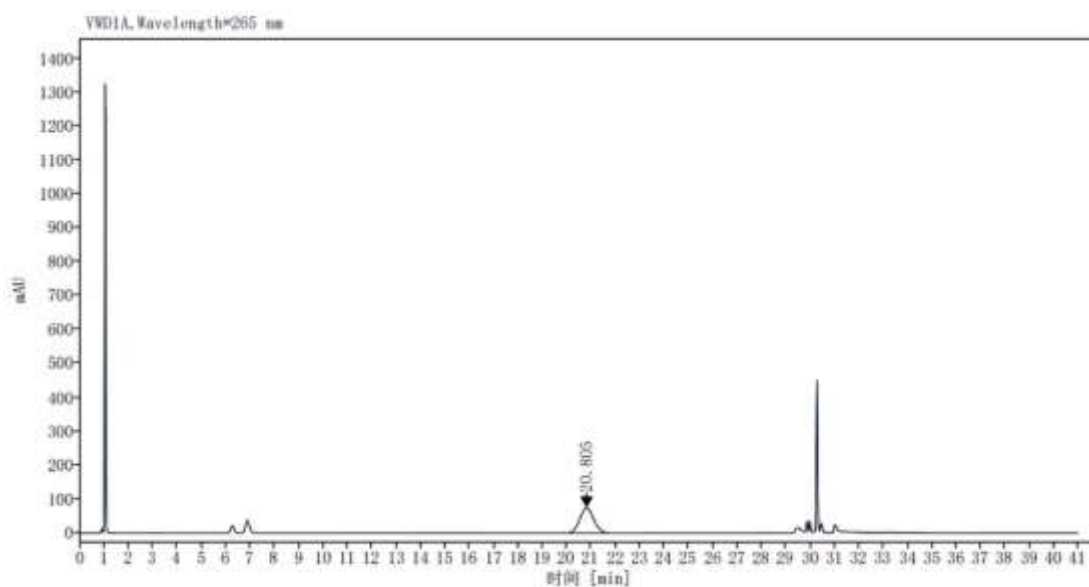


图29 15%啉虫脒-啉螨灵微乳剂精密度溶液 3 高效液相色谱图

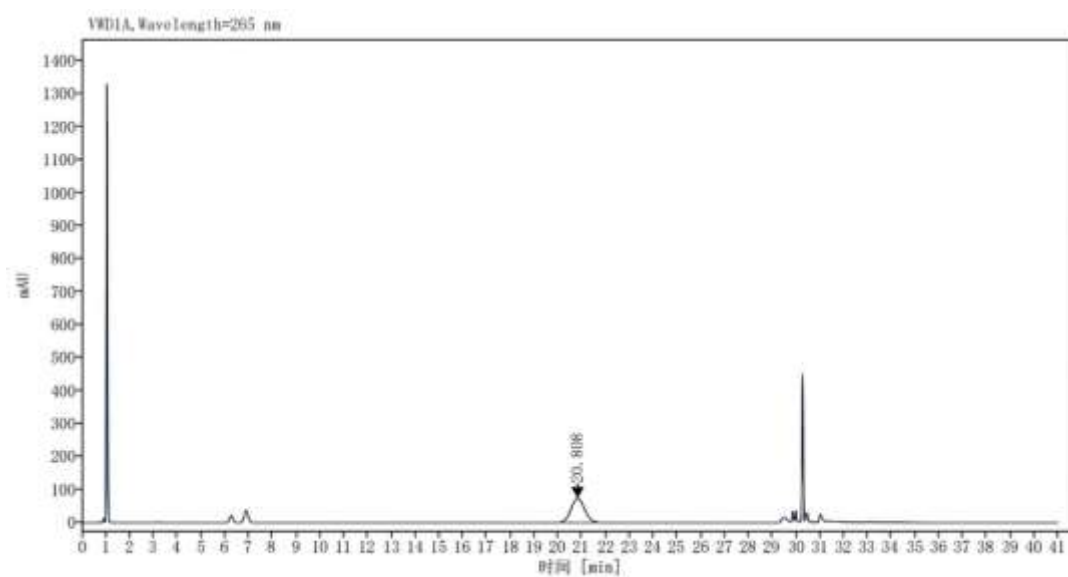


图30 15%啉虫脒-啉螨灵微乳剂精密度溶液 4 高效液相色谱图

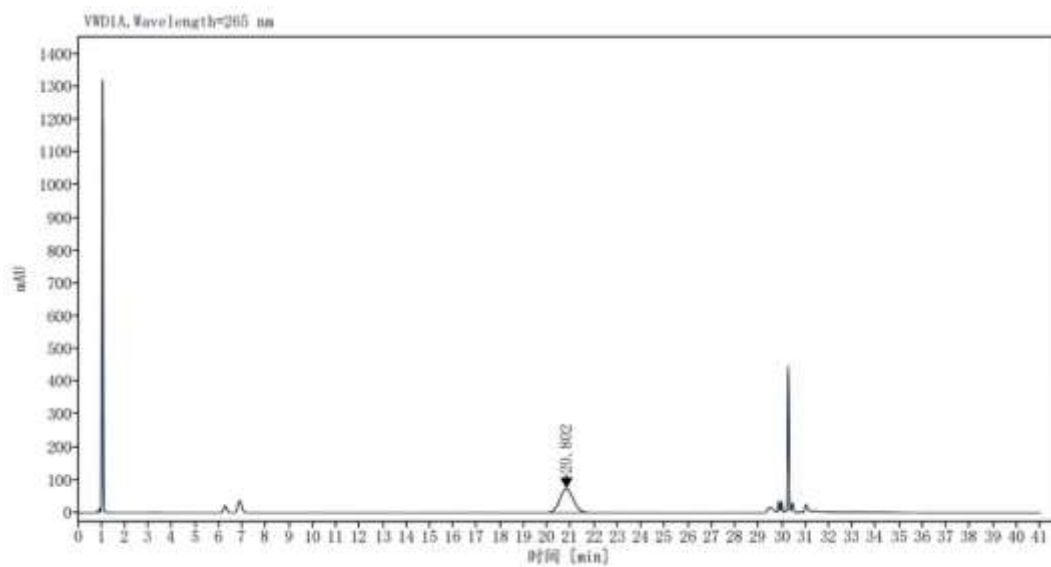


图31 15%啉虫脒-哒螨灵微乳剂精密度溶液 5 高效液相色谱图

#### 4.4 25%联苯菊酯乳油精密度色谱图

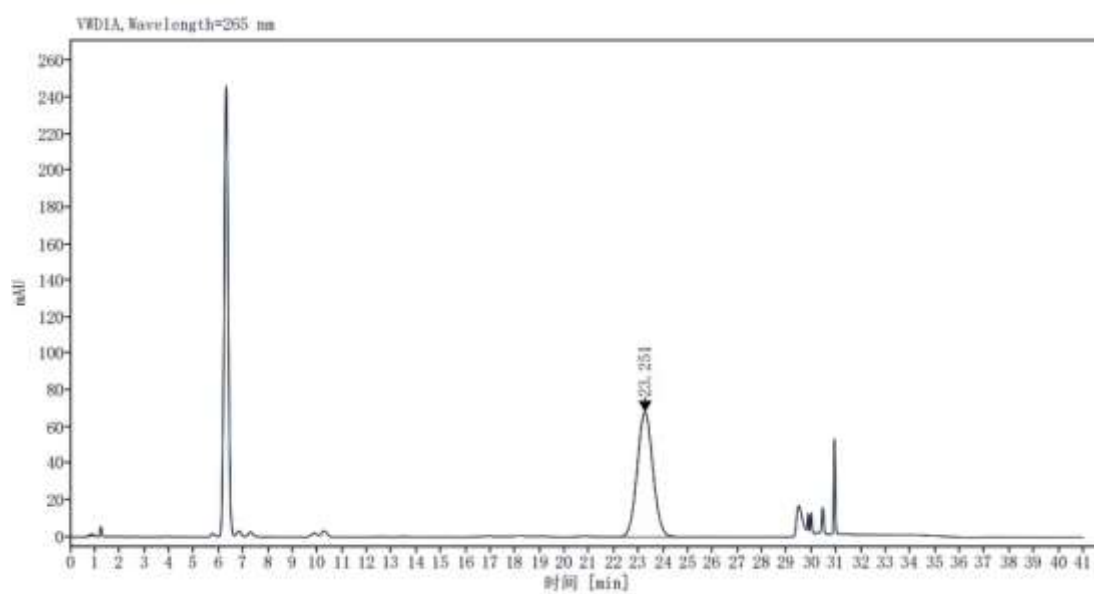


图32 25%联苯菊酯乳油精密度溶液 1-1 高效液相色谱图

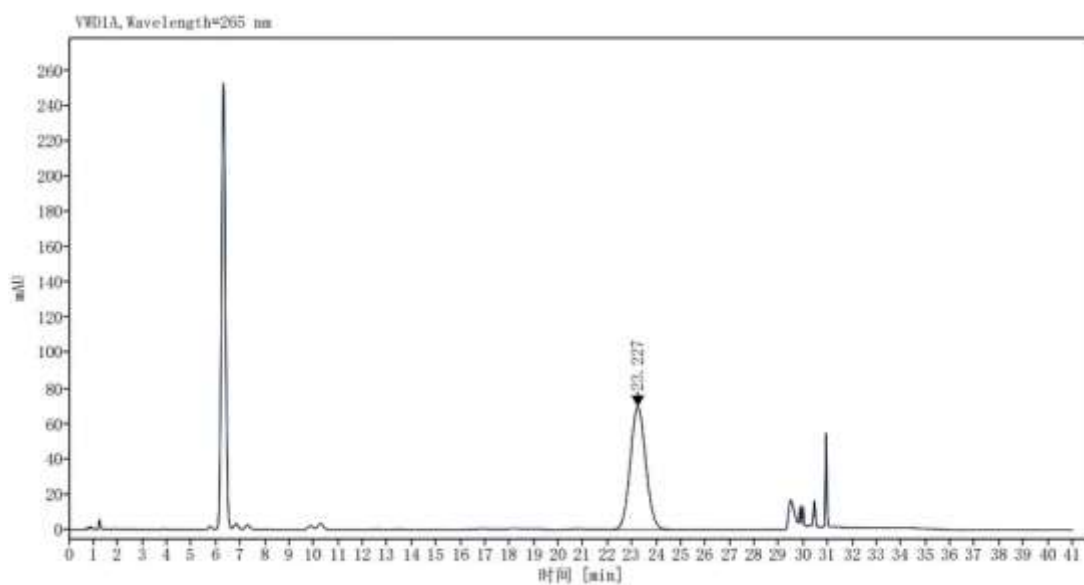


图33 25%联苯菊酯乳油精密度溶液 2-1 高效液相色谱图

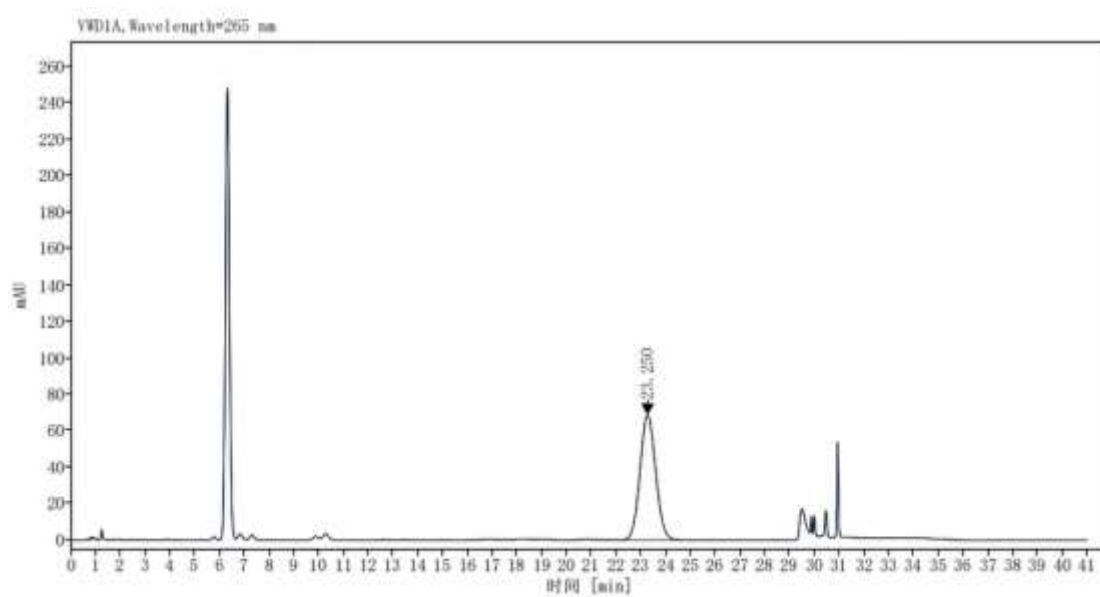


图34 25%联苯菊酯乳油精密度溶液 3-1 高效液相色谱图

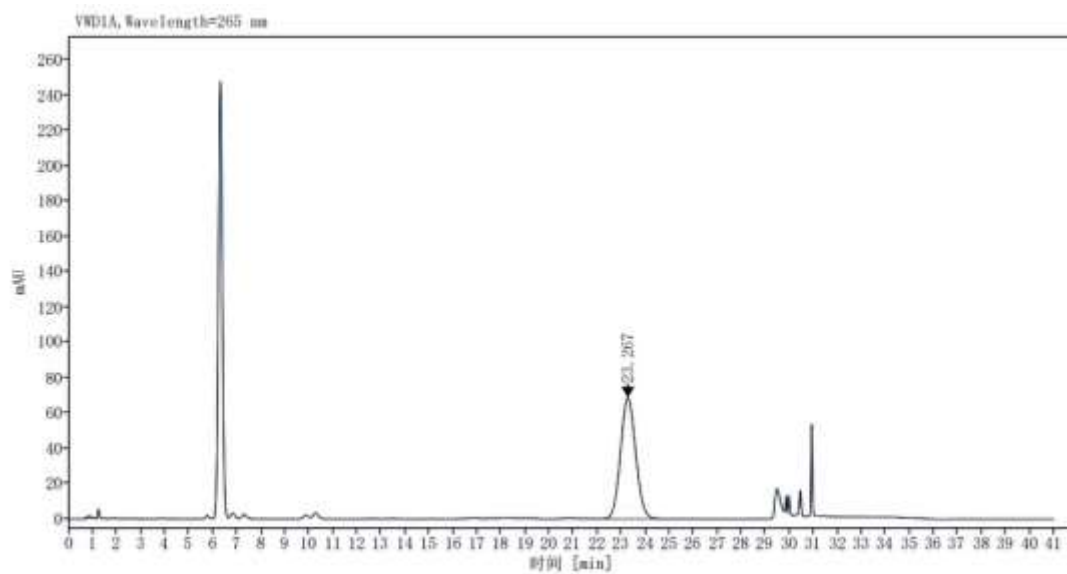


图35 25%联苯菊酯乳油精密度溶液 4-1 高效液相色谱图

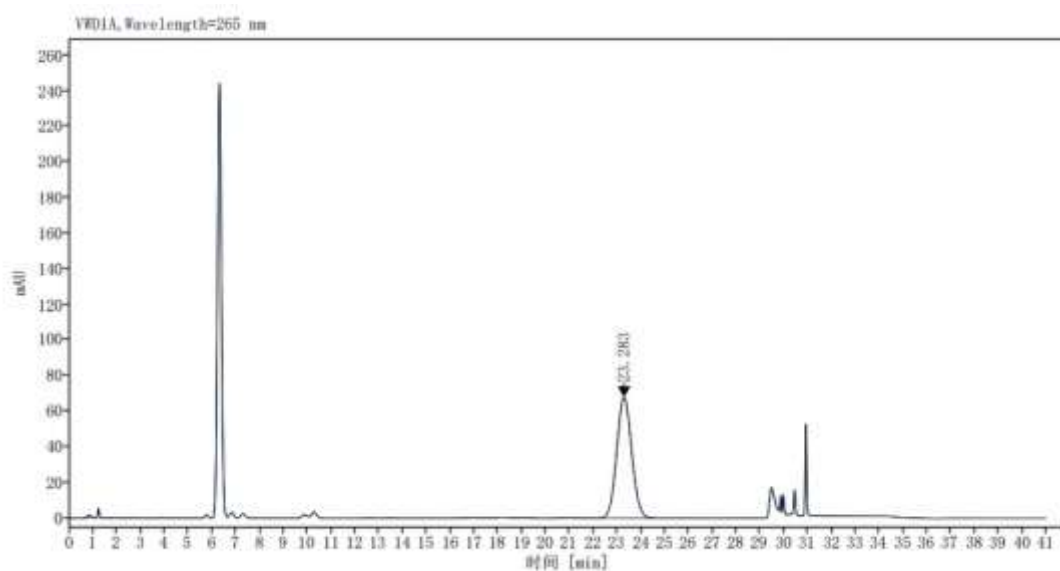


图36 25%联苯菊酯乳油精密度溶液 5-1 高效液相色谱图

#### 4.5 15%啶虫脒-吡蚜灵微乳剂准确度色谱图

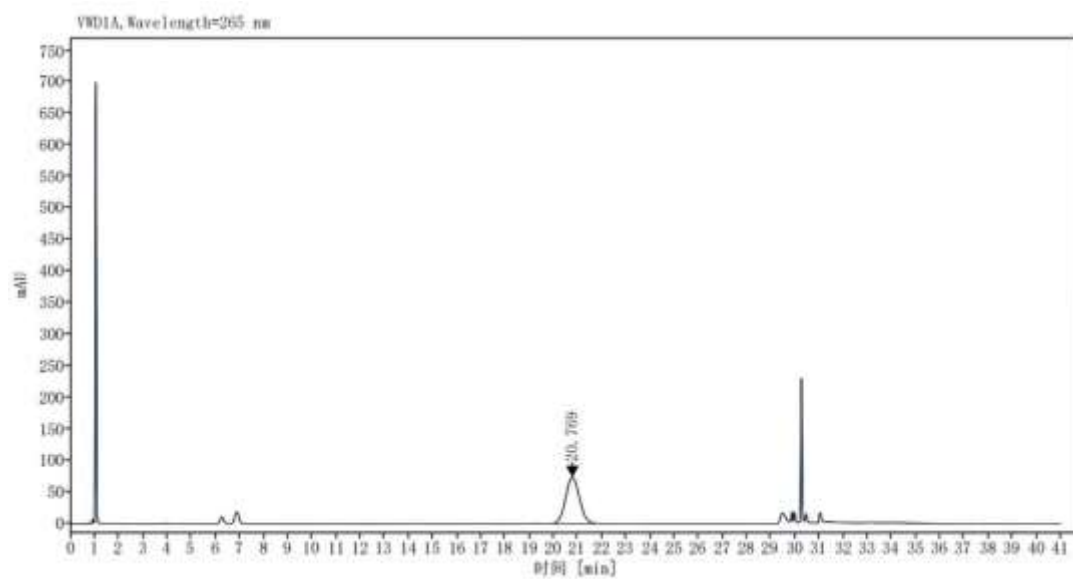


图37 15%啶虫脒-哒螨灵微乳剂准确度溶液 H-1 高效液相色谱图

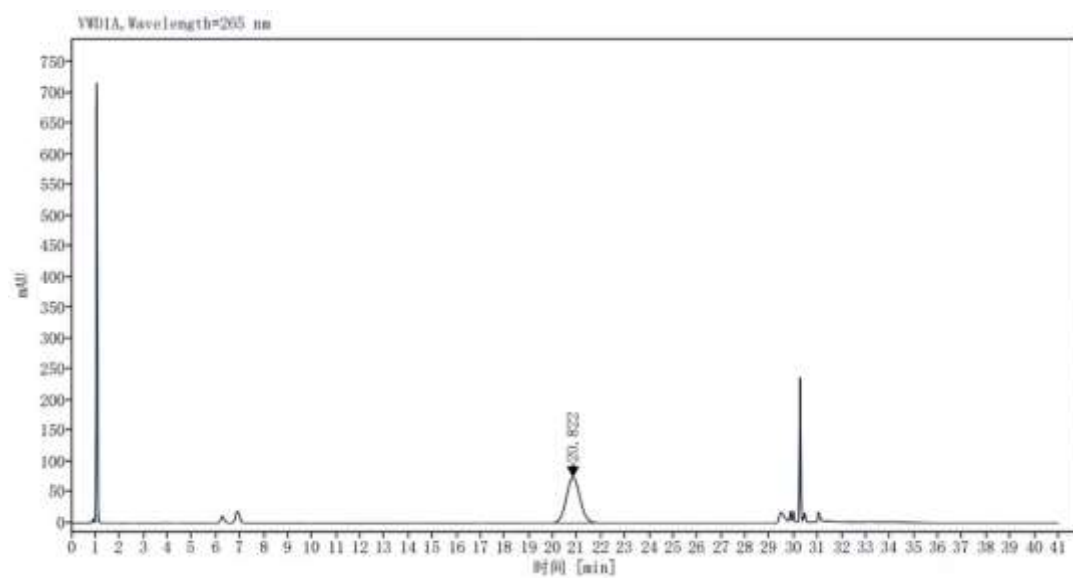


图38 15%啶虫脒-哒螨灵微乳剂准确度溶液 H-2 高效液相色谱图

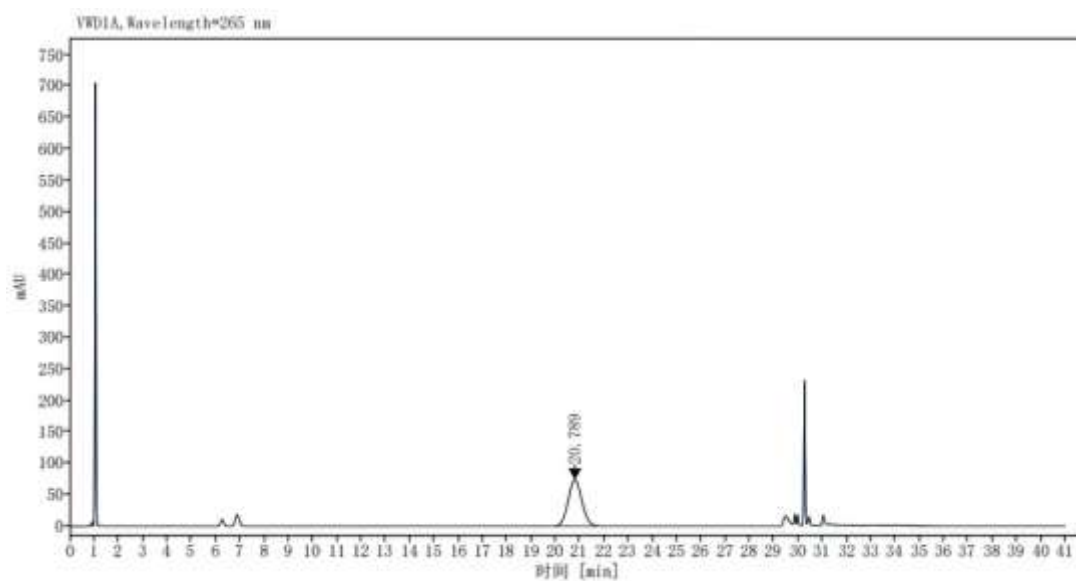


图39 15%啶虫脒-哒螨灵微乳剂准确度溶液 H-3 高效液相色谱图

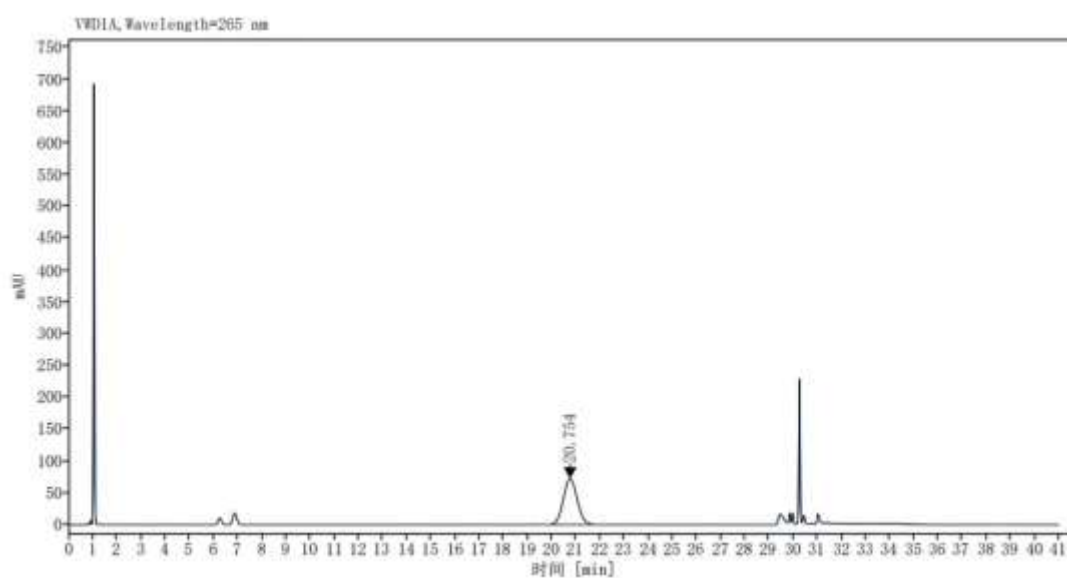


图40 15%啶虫脒-哒螨灵微乳剂准确度溶液 H-4 高效液相色谱图

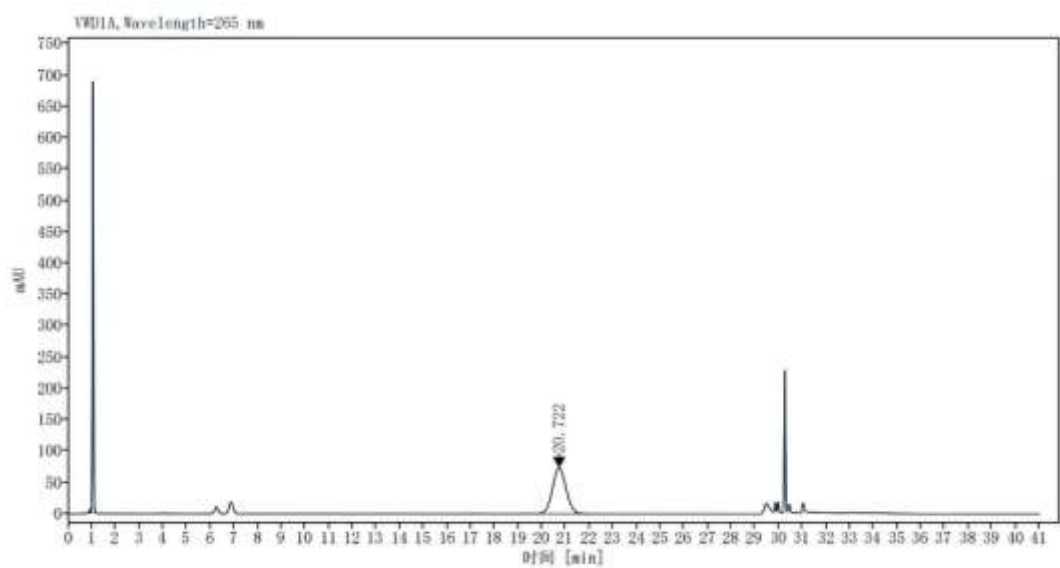


图41 15%啉虫脒-啉虫脒微乳剂准确度溶液 H-5 高效液相色谱图

#### 4.6 25%联苯菊酯乳油准确度色谱图

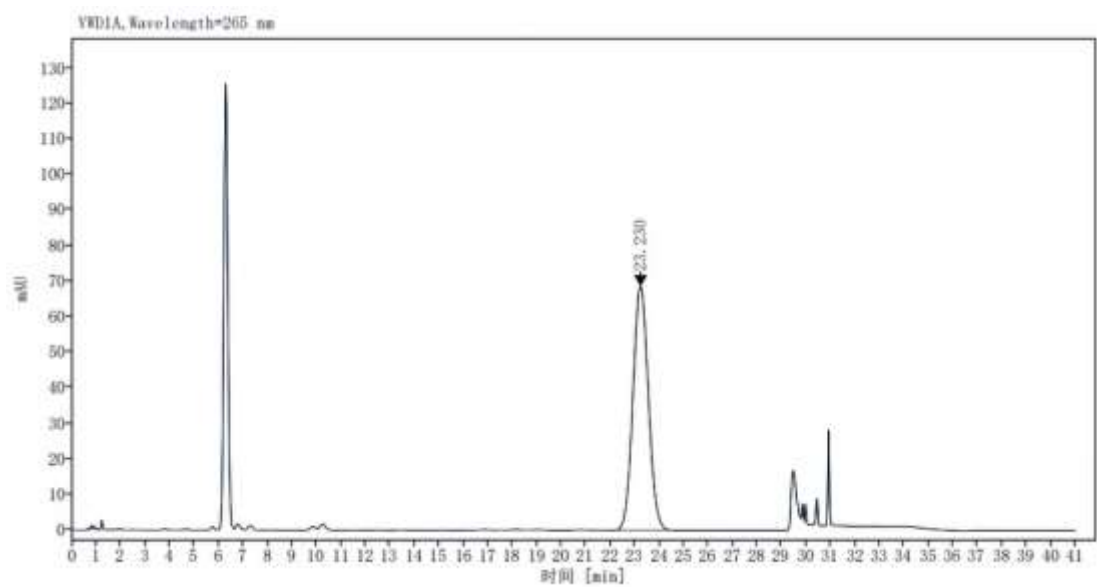


图42 25%联苯菊酯乳油准确度溶液 H-1-1 高效液相色谱图

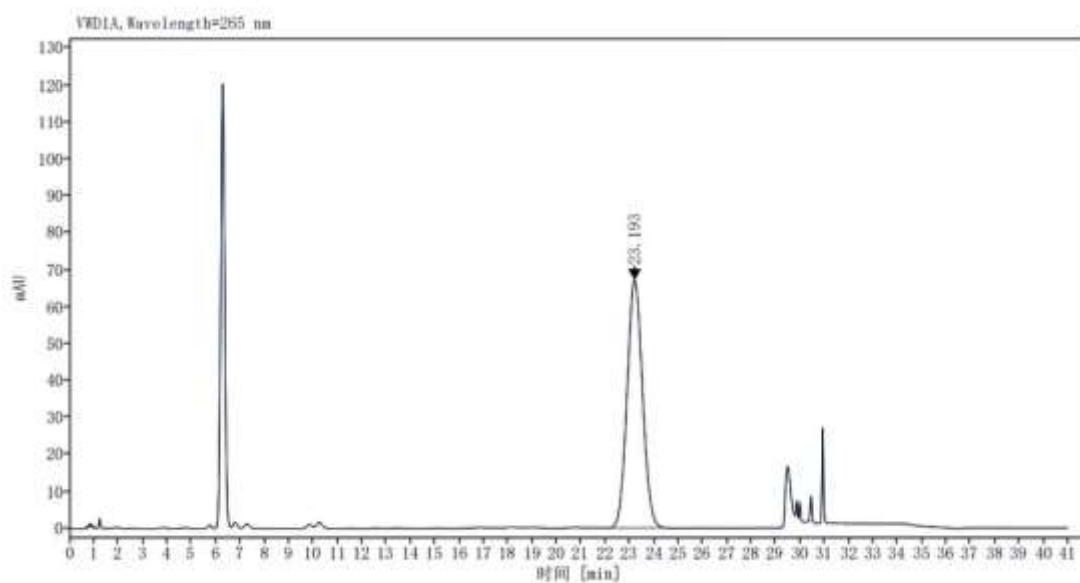


图43 25%联苯菊酯乳油准确度溶液 H-2-1 高效液相色谱图

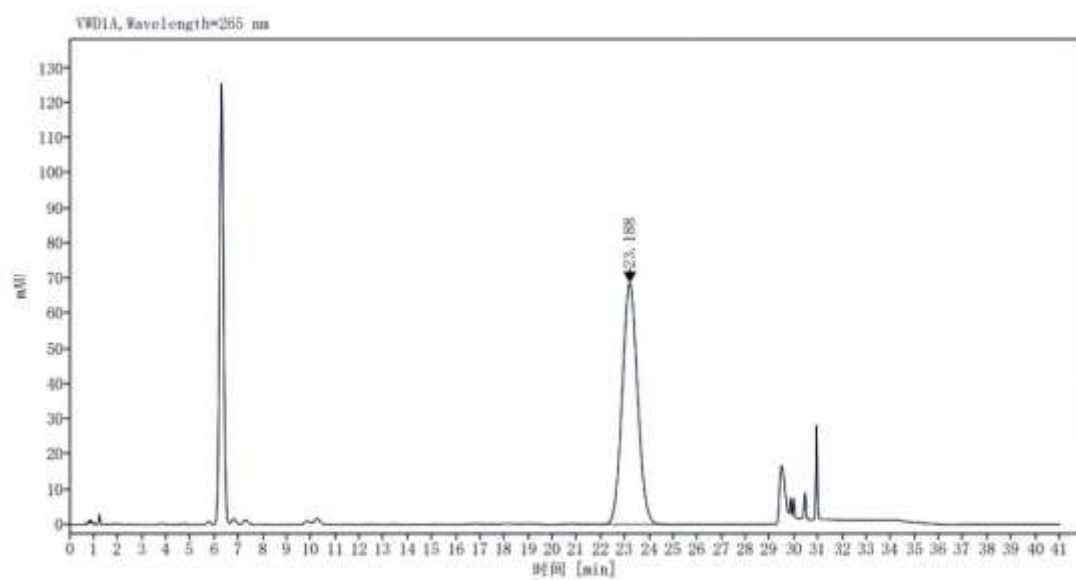


图44 25%联苯菊酯乳油准确度溶液 H-3-1 高效液相色谱图



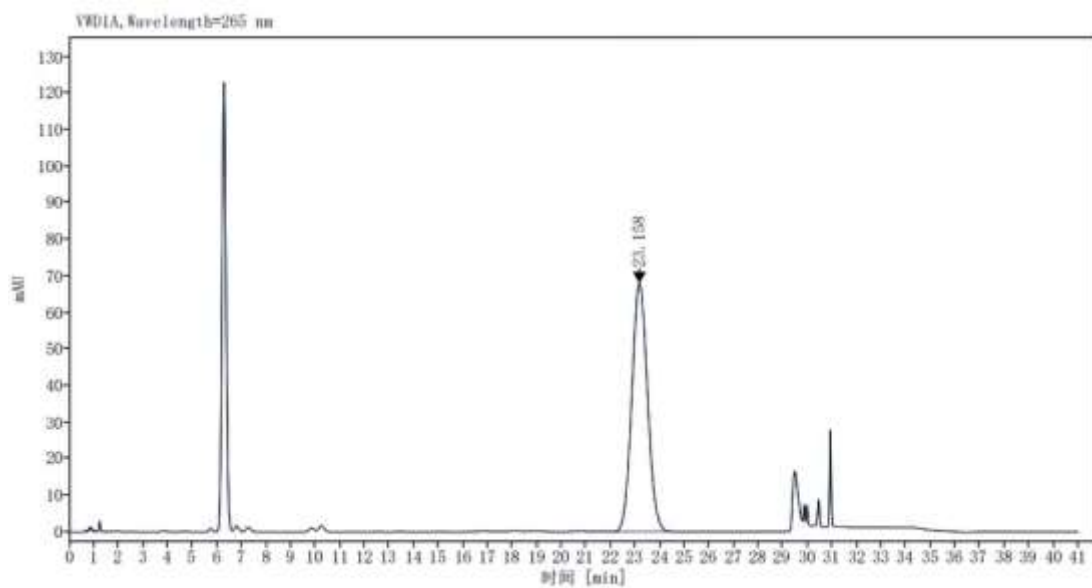


图45 25%联苯菊酯乳油准确度溶液 H-4-1 高效液相色谱图

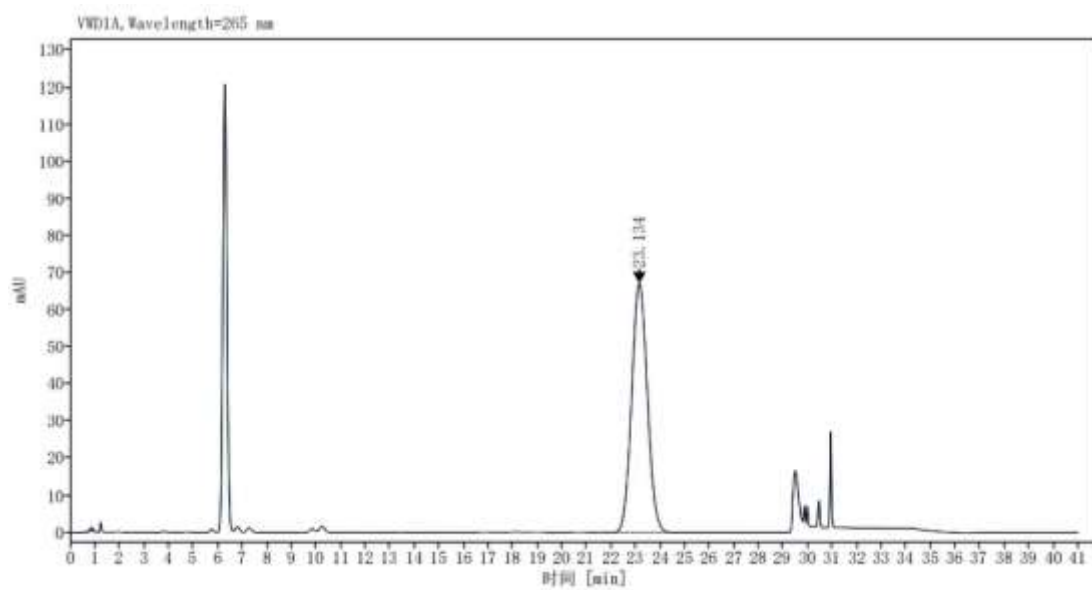


图46 25%联苯菊酯乳油准确度溶液 H-5-1 高效液相色谱图

#### 4.7 15%啮虫脒-吡蚜灵微乳 LOQ 色谱图

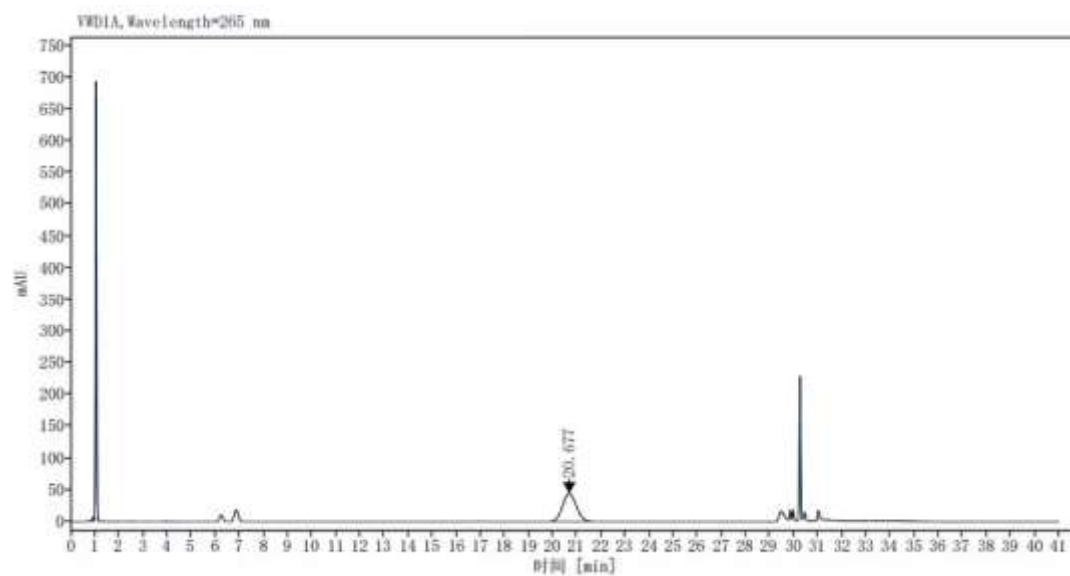


图47 啮虫脒-哒螨灵微乳 LOQ C1 高效液相色谱图

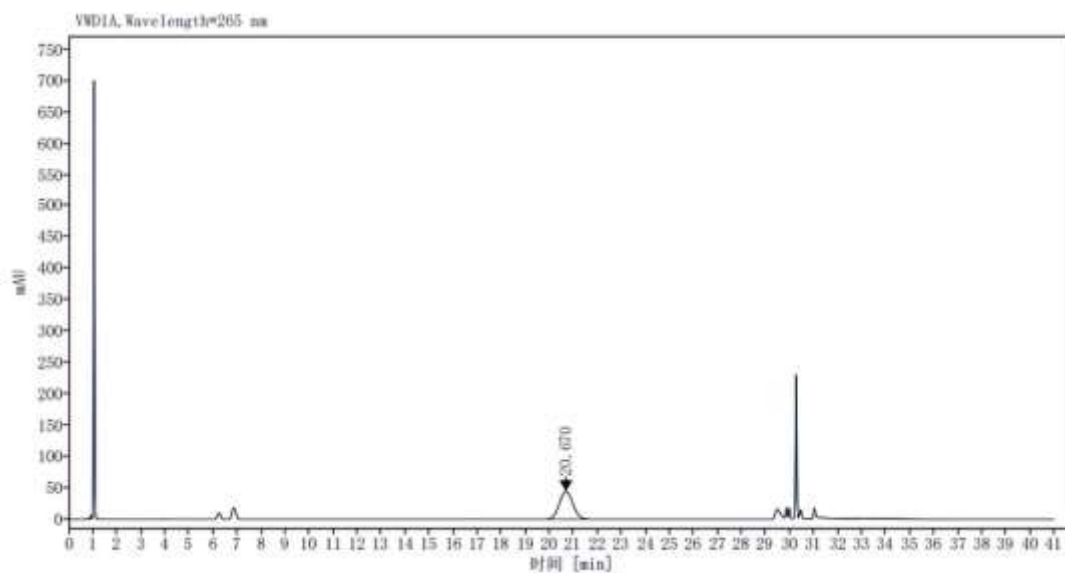


图48 啮虫脒-哒螨灵微乳 LOQ C2 高效液相色谱图

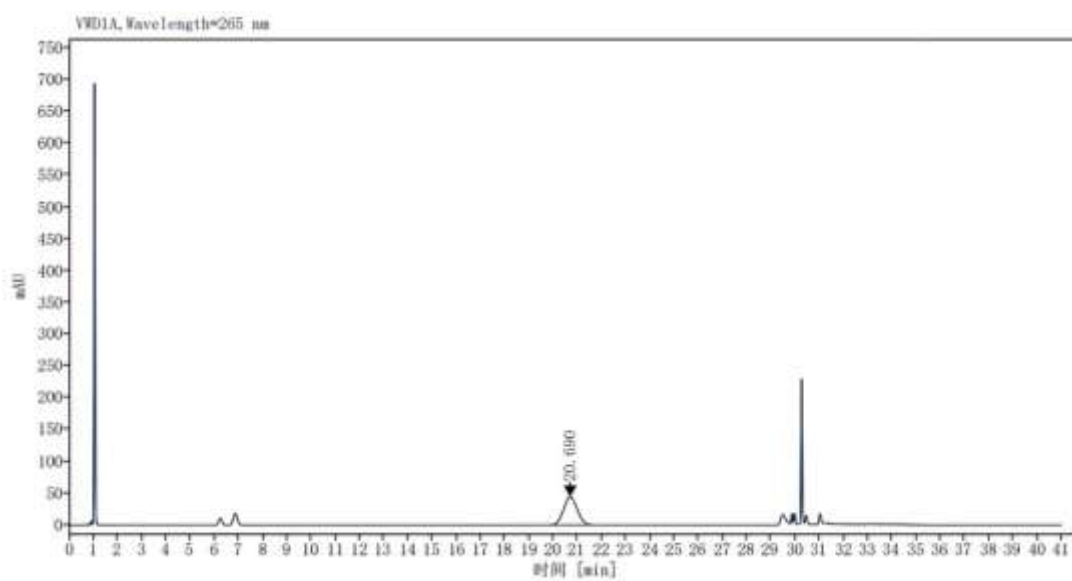


图49 啮虫脒-哒螨灵微乳 LOQ C3 高效液相色谱图

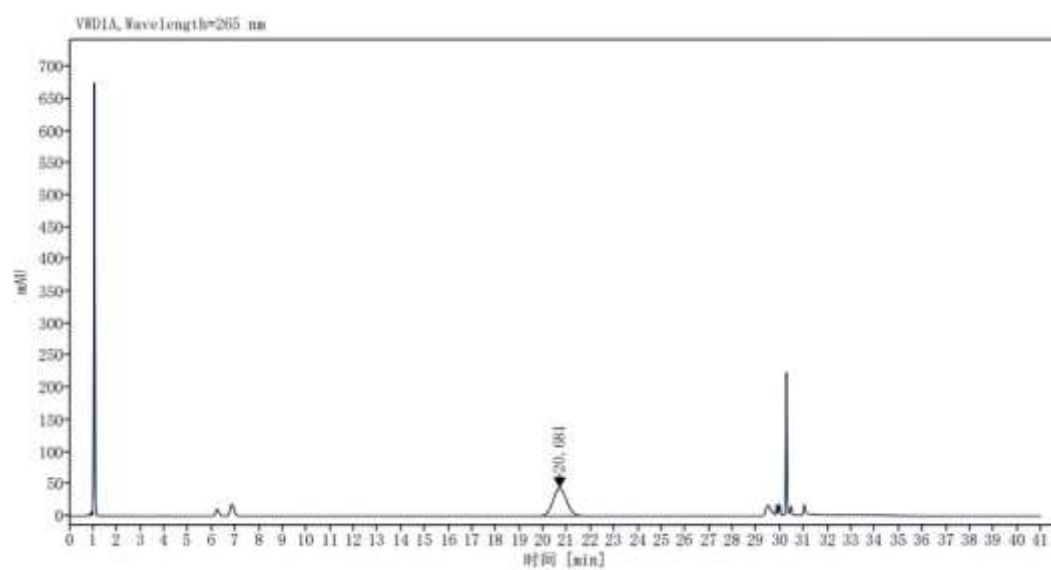


图50 啮虫脒-哒螨灵微乳 LOQ C4 高效液相色谱图

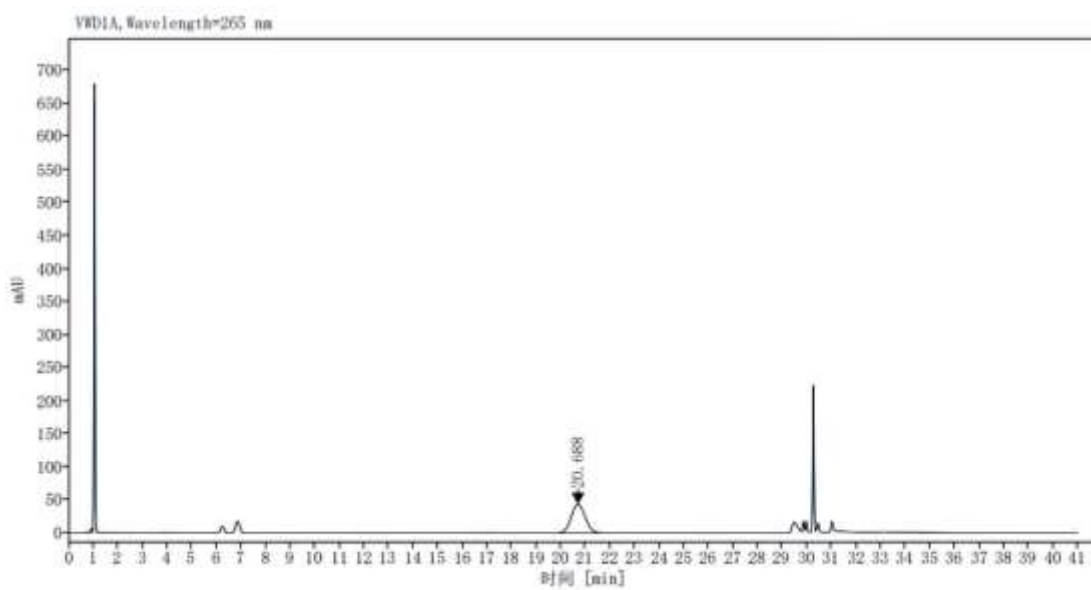


图51 啮虫脒-吡蚜灵微乳 LOQ C5 高效液相色谱图

#### 4.8 25%联苯菊酯乳油 LOQ 色谱图

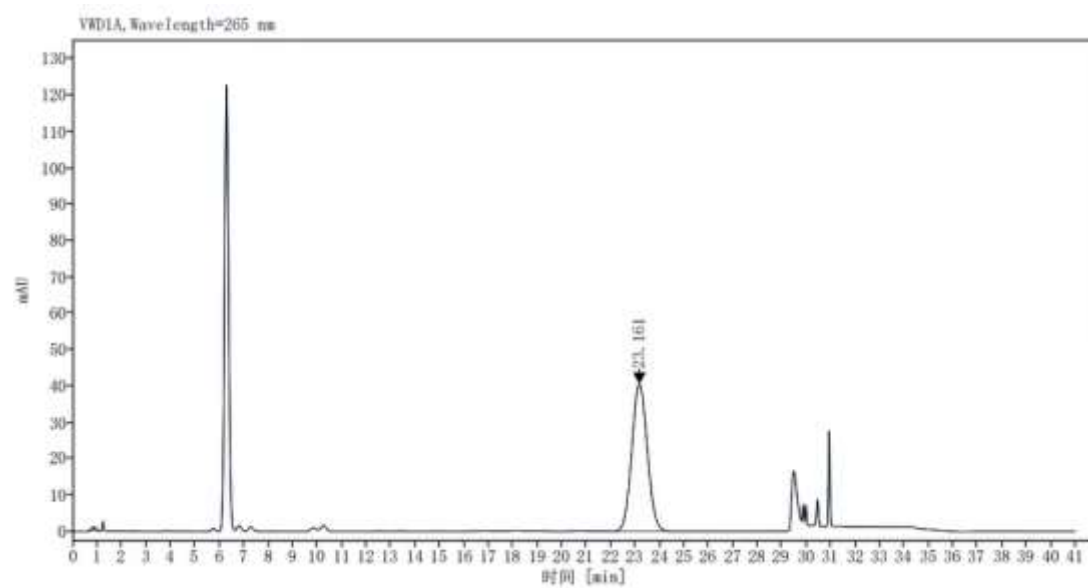


图52 25%联苯菊酯乳油 LOQ C1-1 高效液相色谱图

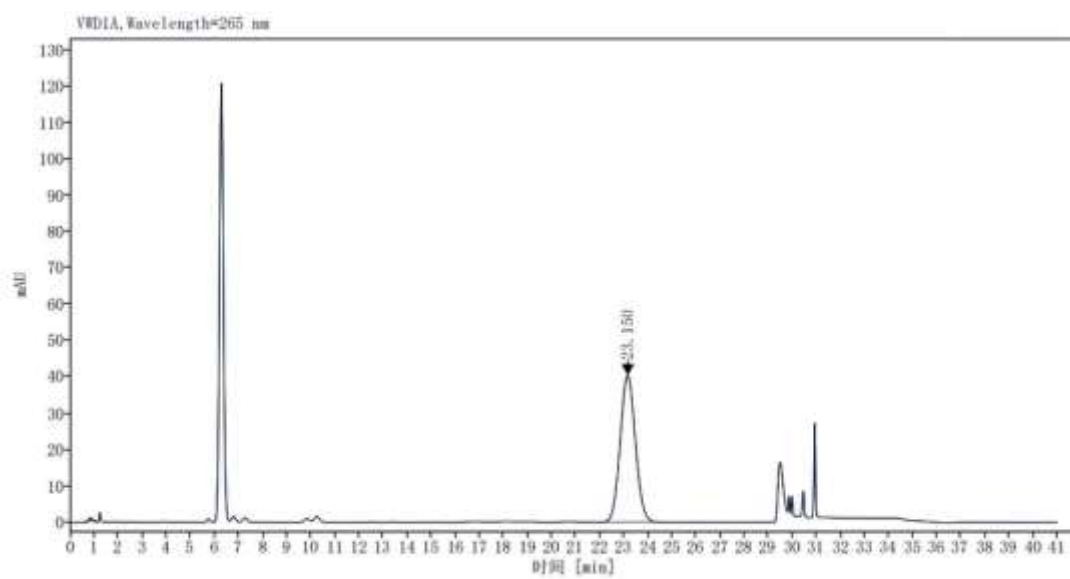


图53 25%联苯菊酯乳油 LOQ C2-1 高效液相色谱图

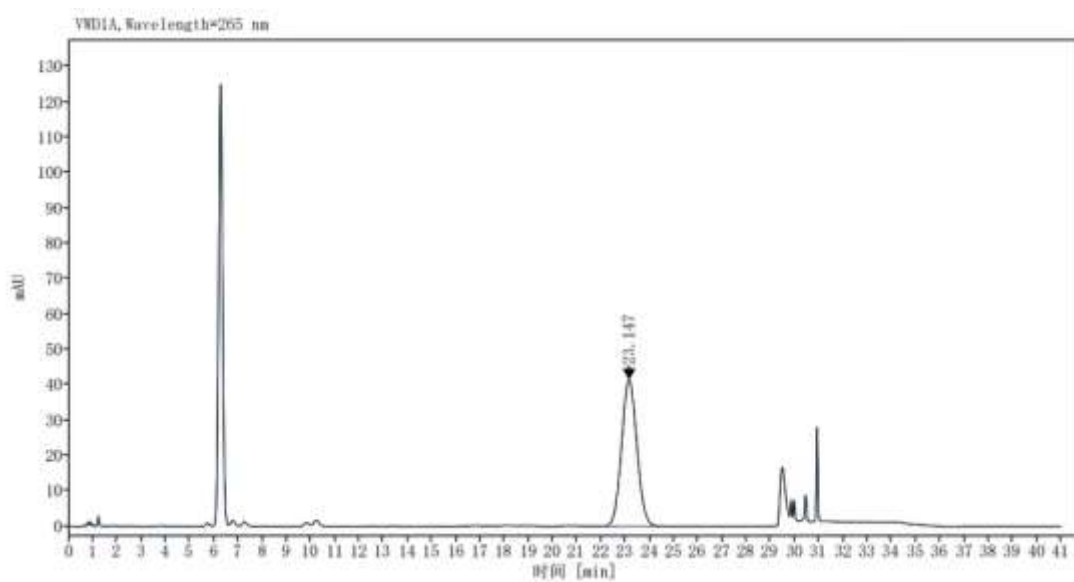


图54 25%联苯菊酯乳油 LOQ C3-1 高效液相色谱图

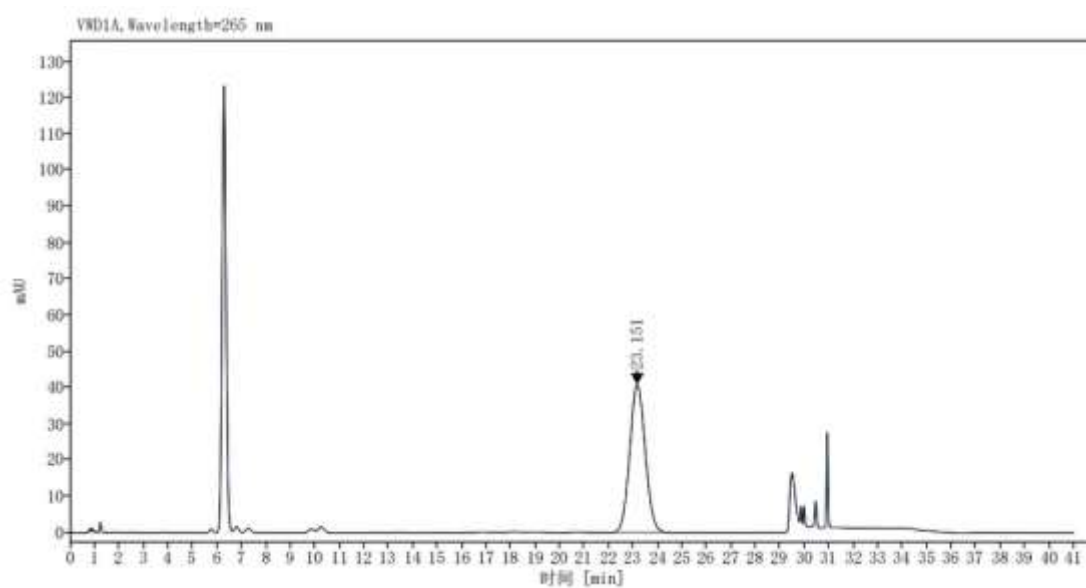


图55 25%联苯菊酯乳油 LOQ C4-1 高效液相色谱图

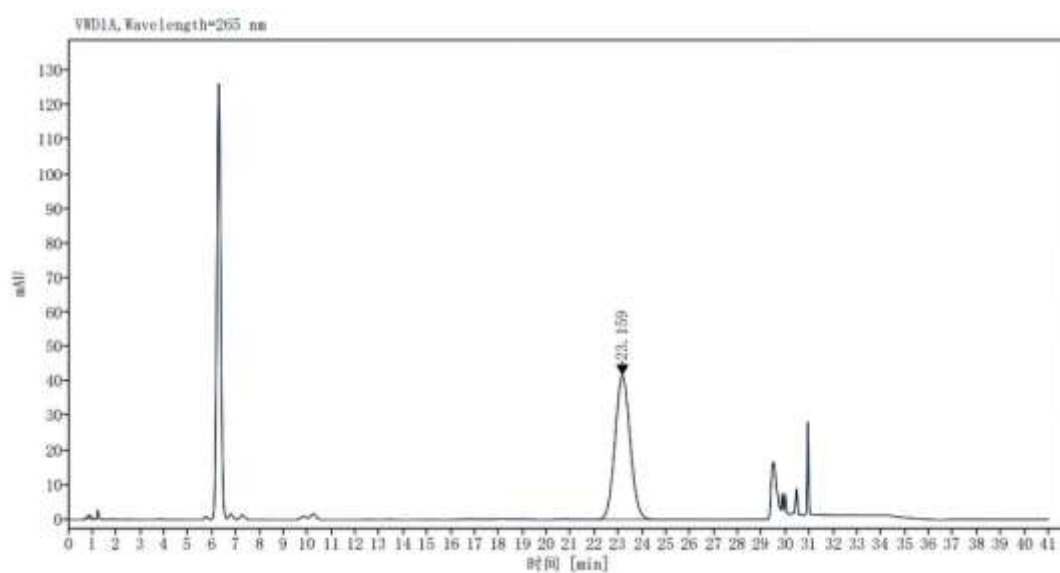


图56 25%联苯菊酯乳油 LOQ C5-1 高效液相色谱图

#### 4.9 协同验证色谱图

图57 15% 氟雷拉纳类似物微乳剂高效液相色谱图 (XX 公司)

图58 15% 氟雷拉纳类似物微乳剂高效液相色谱图 (XX 院)

图59 15% 氟雷拉纳类似物微乳剂高效液相色谱图 (XX 公司)

图60 15% 氟雷拉纳类似物微乳剂高效液相色谱图 (XX 公司)

图61 20% 氟雷拉纳类似物水分散粒剂高效液相色谱图 (XX 公司)

图62 20% 氟雷拉纳类似物水分散粒剂高效液相色谱图 (XX 院)

图63 20% 氟雷拉纳类似物水分散粒剂高效液相色谱图 (XX 公司)

图64 20% 氟雷拉纳类似物水分散粒剂高效液相色谱图 (XX 公司)