

溴虫氟苯双酰胺类似物液相色谱分析方法研究报告

项目单位：上海晓明检测技术服务有限公司

2026 年 05 月

溴虫氟苯双酰胺类似物液相色谱分析方法研究报告

1 实验部分

1.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+甲酸溶液为流动相，使用以 C₁₈ 为填料的不锈钢柱和可调波长紫外检测器，在波长 254 nm 下对试样中的溴虫氟苯双酰胺类似物 1 和溴虫氟苯双酰胺类似物 2 进行高效液相色谱分离，外标法定量。

1.2 试剂和溶液

乙腈：色谱级。

甲酸。

水：超纯水。

甲酸溶液： ψ （甲酸：水）=1：1000。

溴虫氟苯双酰胺类似物 1 标样：已知质量分数。

溴虫氟苯双酰胺类似物 2 标样：已知质量分数。

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：250 mm×4.6 mm（内径）不锈钢柱，内装 C₁₈、5 μ m 填充物（或具有同等效果的色谱柱）。

过滤器：滤膜孔径约 0.22 μ m。

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	乙腈（V/V） %	甲酸溶液（V/V） %
0.00	65	35
15.00	65	35
15.01	95	5
22.00	95	5
22.01	65	35
30.00	65	35

流速：1.2 mL/min。

柱温：30 °C。

检测波长：254 nm。

进样体积：5 μ L。

保留时间：溴虫氟苯双酰胺类似物 1 约 12.2 min，溴虫氟苯双酰胺类似物 2 约 12.9 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 0.025 g (精确至 0.000 01 g) 溴虫氟苯双酰胺类似物 2 标样, 置于 50 mL 容量瓶中, 加入适量乙腈, 超声振荡至溶解, 冷却至室温, 用乙腈定容, 摇匀, 记作溶液 A;

称取 0.025 g (精确至 0.000 01 g) 溴虫氟苯双酰胺类似物 1 标样, 置于另一个 50 mL 容量瓶中, 并用移液管移取 10 mL 上述溶液 A 置于此 50 mL 容量瓶中, 再加入适量乙腈, 超声振荡至溶解, 冷却至室温, 用乙腈定容, 摇匀, 记作溶液 B。

1.5.2 试样溶液的制备

称取约 1 g (精确至 0.000 01 g) 的试样于 50 mL 容量瓶中, 加入适量乙腈, 超声振荡 5 min, 冷却至室温, 用乙腈稀释至刻度, 摇匀, 过滤。

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, 直至相邻两针溴虫氟苯双酰胺类似物 1 (溴虫氟苯双酰胺类似物 2) 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溴虫氟苯双酰胺类似物 1 (溴虫氟苯双酰胺类似物 2) 峰面积分别进行平均, 试样中溴虫氟苯双酰胺类似物 1 (溴虫氟苯双酰胺类似物 2) 的质量分数按式 (1) 计算:

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

式中:

w_1 ——试样中溴虫氟苯双酰胺类似物 1 (溴虫氟苯双酰胺类似物 2) 的质量分数, %;

A_2 ——试样溶液中溴虫氟苯双酰胺类似物 1 (溴虫氟苯双酰胺类似物 2) 峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量的数值, 单位为克 (g);

ω ——标样溶液中溴虫氟苯双酰胺类似物 1 (溴虫氟苯双酰胺类似物 2) 的质量分数, %;

A_1 ——标样溶液中溴虫氟苯双酰胺类似物 1 (溴虫氟苯双酰胺类似物 2) 峰面积的平均值;

m_2 ——试样的质量的数值, 单位为克 (g);

n ——标准溶液的稀释倍数, 当计算溴虫氟苯双酰胺类似物 1 时, $n=1$; 当计算溴虫氟苯双酰胺类似物 2 时, $n=5$ 。

2 试验条件的选择

溴虫氟苯双酰胺类似物 1 的紫外光谱图如图 1 所示, 从图中可以看到溴虫氟苯双酰胺类似物 1 最大吸收波长在 194 nm 附近, 溴虫氟苯双酰胺类似物 2 的紫外光谱图如图 2 所示, 从图中可以看到溴虫氟苯双酰胺类似物 2 最大吸收波长在 196 nm 附近, 综合考虑检测灵敏度、稳定性及不同浓度下的峰响应, 同时也为了减少干扰, 增大线性范围, 避免出现峰过载, 选择波长 254 nm 为检测方法的检测波长。将不同比例的流动相进行对比发现, 以乙腈+0.1% 甲酸溶液为流动相并使用梯度洗脱时, 溴虫氟苯双酰胺类似物 1 (溴虫氟苯双酰胺类似物 2)

色谱峰峰形较好，能够完全分离，具有良好的精密度和准确度。

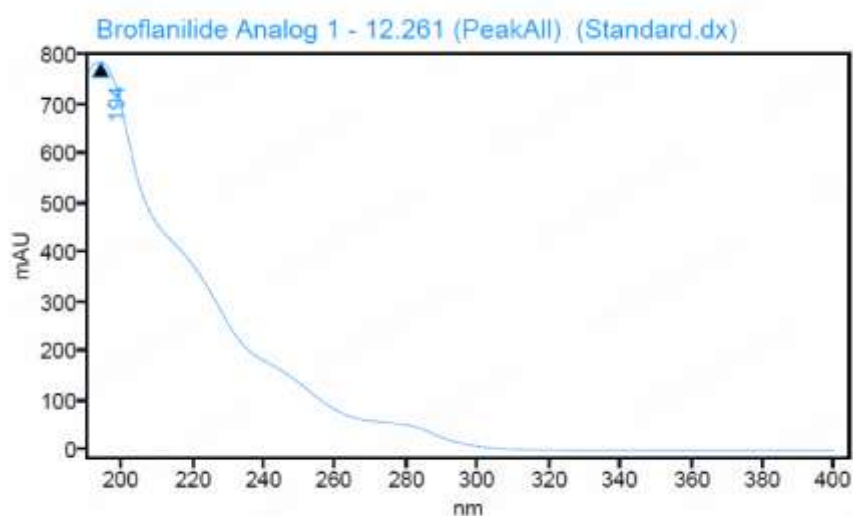


图1 溴虫氟苯双酰胺类似物 1 紫外吸收图谱

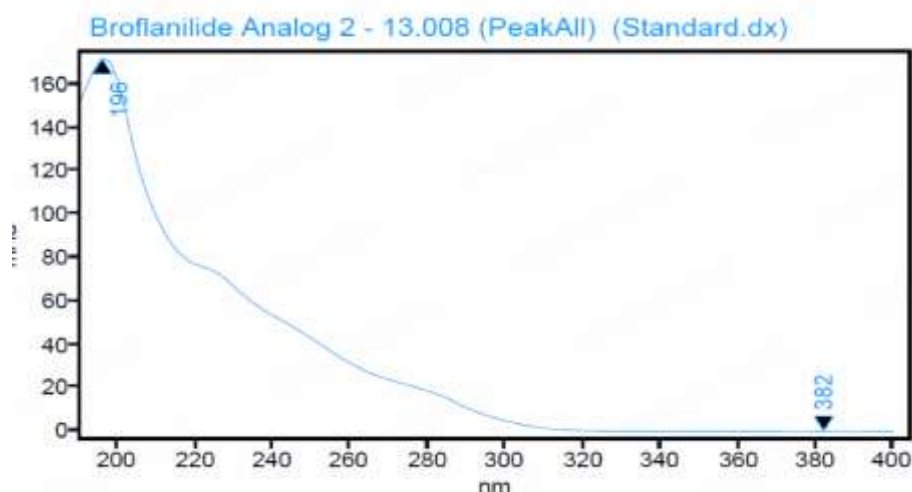


图2 溴虫氟苯双酰胺类似物 2 紫外吸收图谱

3 实验结果与讨论

3.1 特异性

市场调研过程中发现：1%甲氨基阿维菌素苯甲酸盐水乳剂（登记为乳油）、5%啉虫脒乳油、3.5%高氯氟·氯虫苯甲酰胺悬浮剂、8%甲氨基阿维菌素苯甲酸盐、22.5%虱螨脲·啉虫酰胺悬浮剂、0.3%苦参碱水剂等产品，有非法添加溴虫氟苯双酰胺类似物 1 或溴虫氟苯双酰胺类似物 2。

1%甲氨基阿维菌素苯甲酸盐水乳剂和 19.8%甲维·啉虫脒可溶液剂等制剂，有非法添加溴虫氟苯双酰胺类似物 2。

9.1%甲氨基阿维菌素苯甲酸盐可溶液剂（以下简称 9.1%甲维盐 SL）中有非法添加溴虫氟苯双酰胺类似物 1 和溴虫氟苯双酰胺类似物 2。

基于同一个色谱方法条件能同时把两个非法添加组分一起测出来，本试验中选择 9.1%

甲维盐 SL 作为方法确认的代表性样品。

本试验采用 HPLC-DAD 峰纯度分析法来鉴别溴虫氟苯双酰胺类似物 1 和溴虫氟苯双酰胺类似物 2。标样和试样中溴虫氟苯双酰胺类似物 1 和溴虫氟苯双酰胺类似物 2 的 HPLC-DAD 峰纯度 >0.97 ，如图 3~图 4，从色谱图可以清晰的看出，溴虫氟苯双酰胺类似物 1 和溴虫氟苯双酰胺类似物 2 出峰处无其它物质干扰，符合定量分析要求。

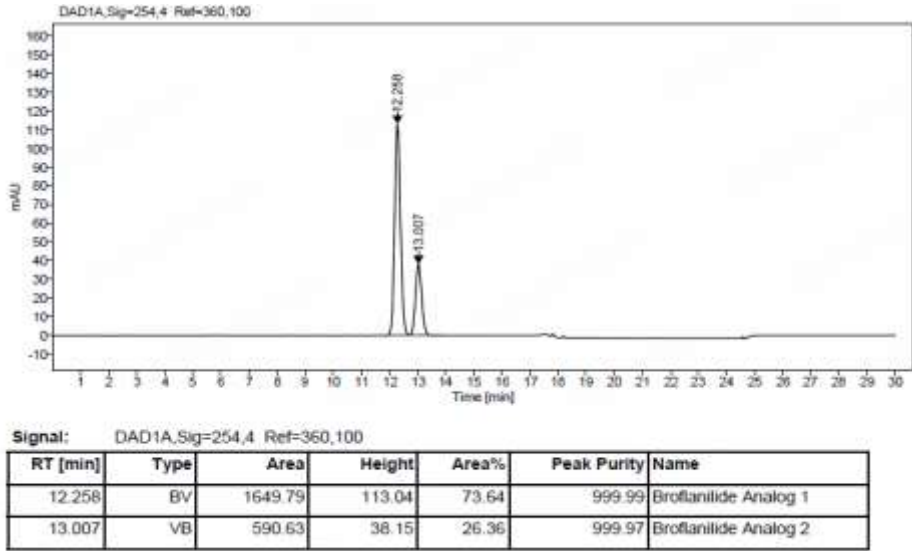


图3 溴虫氟苯双酰胺类似物 1（溴虫氟苯双酰胺类似物 2）标样中 HPLC-DAD 峰纯度色谱图

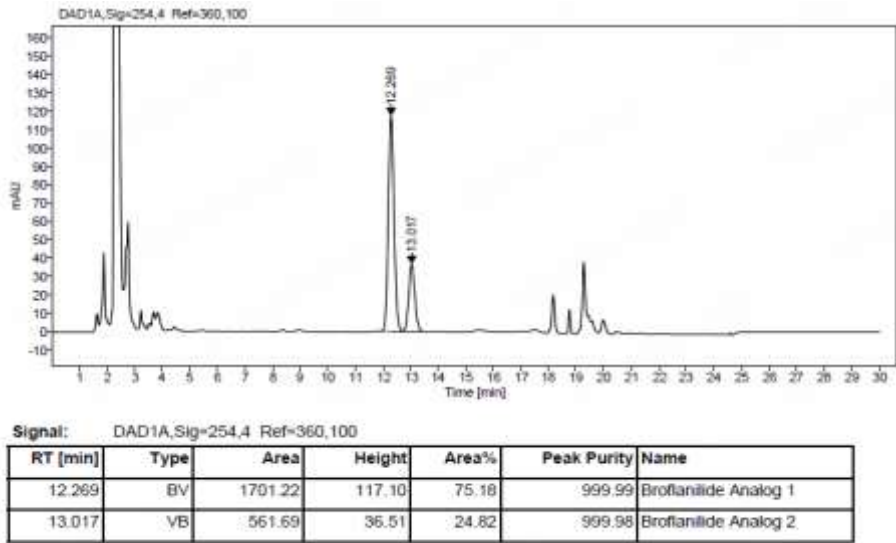


图4 9.1%甲维盐 SL 中溴虫氟苯双酰胺类似物 1（溴虫氟苯双酰胺类似物 2）HPLC-DAD 峰纯度色谱图

3.2 线性关系试验

3.2.1 线性标样溶液的配制

分别依次向5个不同的50 mL容量瓶中称取溴虫氟苯双酰胺类似物1和溴虫氟苯双酰胺类似物2标样，称量数据统计见表1，然后加入适量乙腈，超声振荡至溶解，冷却至室温，用乙腈定容，摇匀，分别标记为L4至L8。

表1 溴虫氟苯双酰胺类似物 1 和溴虫氟苯双酰胺类似物 2 标样称量数据统计表

溶液标记	L4	L5	L6	L7	L8
溴虫氟苯双酰胺类似物1, g	0.00992	0.02147	0.02992	0.03955	0.05076
溴虫氟苯双酰胺类似物2, g	0.01019	0.01965	0.03057	0.04087	0.04939

再分别依次用5 mL移液管移取上述溶液中L4、L5、L8至三个不同的50 mL容量瓶中，然后加入适量乙腈，超声振荡至溶解，冷却至室温，用乙腈定容，摇匀，分别标记为L1、L2、L3。

在上述1.4高效液相色谱操作条件下，待仪器稳定后，按照L1至L8的顺序测定每个溶液中溴虫氟苯双酰胺类似物1（溴虫氟苯双酰胺类似物2）的峰面积。

3.2.2 溴虫氟苯双酰胺类似物1线性关系试验

以溴虫氟苯双酰胺类似物1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2、图5。

表2 溴虫氟苯双酰胺类似物 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
L1	19.6019	66.27	R ² =1.0000
L2	42.4247	141.68	
L3	100.3018	334.21	
L4	196.0192	658.86	
L5	424.2472	1413.29	
L6	591.2192	1964.96	
L7	781.5080	2606.81	
L8	1003.0176	3327.60	
注：溴虫氟苯双酰胺类似物 1 标样质量分数为 98.8%。			

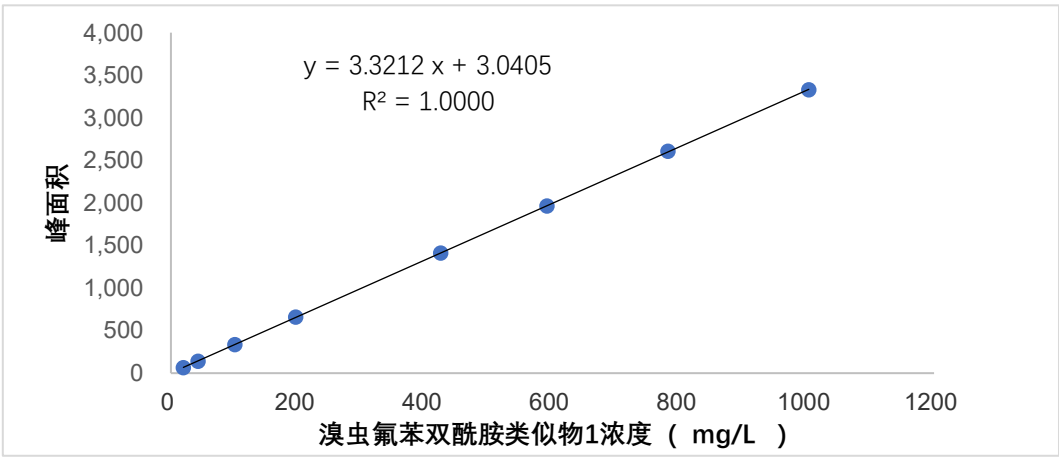


图5 溴虫氟苯双酰胺类似物 1 标准工作曲线

从表 2 和图 5 可以看出在上述操作条件下，当溴虫氟苯双酰胺类似物 1 质量浓度在 19.6019 mg/L~ 1003.0176 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 $y=3.3212 x + 3.0405$ ，相关系数 $R^2=1.0000$ ，可以满足定量分析要求；本方法中溴虫氟苯双酰胺类似物 1 标样质量浓度为 500 mg/L（进样体积 5 μ L）。

3.2.3 溴虫氟苯双酰胺类似物2线性关系试验

以溴虫氟苯双酰胺类似物2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3、图6。

表3 溴虫氟苯双酰胺类似物 2 线性关系测定结果表

编号	质量浓度, mg/L	峰面积	相关系数
L1	20.3189	117.88	R ² =1.0000
L2	39.1821	224.93	
L3	98.4837	562.67	
L4	203.1886	1166.99	
L5	391.8210	2244.76	
L6	609.5658	3481.77	
L7	814.9478	4648.36	
L8	984.8366	5605.94	
注：溴虫氟苯双酰胺类似物 2 标样质量分数为 99.7%。			

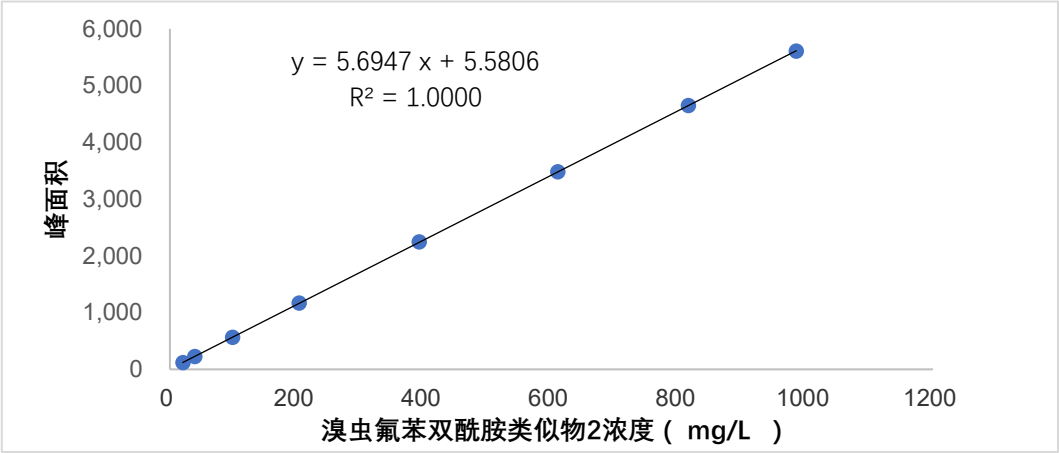


图6 溴虫氟苯双酰胺类似物 2 标准工作曲线

从表 3 和图 6 可以看出在上述操作条件下，当溴虫氟苯双酰胺类似物 2 质量浓度在 20.3189 mg/L~ 984.8366 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 $y=5.6947 x + 5.5806$ ，相关系数 $R^2=1.0000$ ，可以满足定量分析要求；本方法中溴虫氟苯双酰胺类似物 2 标样质量浓度为 100 mg/L（进样体积 5 μ L）。

3.3 精密度试验

3.3.1 精密度试验溶液的配制

按 1.5.2 试样溶液的制备方法配制 6 个 9.1%甲维盐 SL 样品的精密度溶液，分别标记为

T1 至 T6。

以 1.5.1 中溶液 B 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。

3.3.2 溴虫氟苯双酰胺类似物1精密度试验结果

溴虫氟苯双酰胺类似物 1 精密度结果见表 4。

表4 9.1%甲维盐 SL 中溴虫氟苯双酰胺类似物 1 的精密度结果

编号	称样质量, g	峰面积	溴虫氟苯双酰胺类似物 1 质量分数, %
B	0.02503	1656.04	/
T1	0.99112	1672.39	2.519
T2	1.06766	1801.25	2.519
B	0.02503	1656.68	/
T3	1.01551	1712.79	2.515
T4	1.01545	1716.07	2.520
B	0.02503	1659.59	/
T5	1.01235	1709.03	2.517
T6	0.99164	1673.61	2.516
B	0.02503	1657.85	/
溴虫氟苯双酰胺类似物 1 质量分数数据统计		最大值, %	2.520
		最小值, %	2.515
		极差, %	0.005
		平均值, %	2.518
		标准偏差, %	0.002
		变异系数 RSD, %	0.08

从表 4 可以看出, 9.1%甲维盐 SL 中溴虫氟苯双酰胺类似物 1 质量分数测定结果的 RSD 为 0.08%, 小于修改的 Horwitz 公式 $2^{(1-0.51\log C)} \times 0.67 = 2.33$, 表明溴虫氟苯双酰胺类似物 1 分析方法精密度的测定结果符合要求。

3.3.3 溴虫氟苯双酰胺类似物2精密度试验结果

溴虫氟苯双酰胺类似物 2 精密度结果见表 5。

表5 9.1%甲维盐 SL 中溴虫氟苯双酰胺类似物 2 的精密度结果

编号	称样质量, g	峰面积	溴虫氟苯双酰胺类似物 2 质量分数, %
B	0.02586	593.05	/
T1	0.99112	551.55	0.479
T2	1.06766	593.98	0.479
B	0.02586	593.45	/

T3	1.01551	565.27	0.479
T4	1.01545	565.98	0.480
B	0.02586	594.12	/
T5	1.01235	563.65	0.479
T6	0.99164	551.93	0.479
B	0.02586	593.74	/
溴虫氟苯双酰胺类似物 2 质量分数数据统计		最大值, %	0.480
		最小值, %	0.479
		极差, %	0.001
		平均值, %	0.479
		标准偏差, %	0.000
		变异系数 RSD, %	0.00

从表 5 可以看出, 9.1%甲维盐 SL 中溴虫氟苯双酰胺类似物 2 质量分数测定结果的 RSD 为 0.00 %, 小于修改的 Horwitz 公式 $2^{(1-0.51\log C)} \times 0.67 = 2.99$, 表明溴虫氟苯双酰胺类似物 2 分析方法精密度的测定结果符合要求。

3.4 准确度

3.4.1 准确度样品溶液的制备

分别称取 6 个约 0.5 g (精确至 0.00001 g) 9.1%甲维盐 SL 样品于 50 mL 容量瓶中, 然后分别加入溴虫氟苯双酰胺类似物 1 标样, 再分别移取 1.5.1 中溴虫氟苯双酰胺类似物 2 的标样溶液 A 进行样品合成, 具体数据统计见表 6, 加入适量乙腈, 超声振荡至溶解, 冷却至室温, 用乙腈定容, 摇匀, 标记为 R01 至 R06。

表6 准确度样品称量数据表

溶液标记	R01	R02	R03	R04	R05	R06
样品质量, g	0.49441	0.51298	0.49914	0.49623	0.51608	0.49213
溴虫氟苯双酰胺类似物1, mg	7.51	7.44	12.61	12.21	20.48	19.42
移取溶液A体积, mL	3.0	3.0	5.0	5.0	8.0	8.0

以 1.5.1 中溶液 B 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。

3.4.2 溴虫氟苯双酰胺类似物 1 的准确度试验结果

溴虫氟苯双酰胺类似物 1 的准确度试验结果见表 7。

表7 9.1%甲维盐 SL 中溴虫氟苯双酰胺类似物 1 准确度试验结果

溶液名称	质量, g	加入标样质量, mg	理论加入质量, mg	峰面积	实测加入质量, mg	回收率, %	平均回收率, %
B	0.02503	/	/	1654.71	/	/	99.9
R01	0.49441	7.51	7.42	1329.09	7.40	99.7	
R02	0.51298	7.44	7.35	1356.49	7.34	99.8	
B	0.02503	/	/	1655.39	/	/	
R03	0.49914	12.61	12.46	1676.15	12.46	100.0	
R04	0.49623	12.21	12.06	1648.11	12.12	100.4	
B	0.02503	/	/	1657.40	/	/	
R05	0.51608	20.48	20.23	2222.14	20.19	99.8	
R06	0.49213	19.42	19.19	2112.95	19.16	99.9	
B	0.02503	/	/	1656.85	/	/	
注:							
1. 溴虫氟苯双酰胺类似物 1 标样质量分数为 98.8%;							
2. 样品中含有溴虫氟苯双酰胺类似物 1 质量以精密度测试中质量分数 2.518%乘以样品的称样量计算;							
3. 理论/实测加入质量均是以 100% 溴虫氟苯双酰胺类似物 1 计算。							

从表 7 可以看出 9.1%甲维盐 SL 中溴虫氟苯双酰胺类似物 1 的回收率在 99.7%~100.4% 范围内, 平均回收率为 99.9%, 具有良好的准确度。

3.4.3 溴虫氟苯双酰胺类似物 2 的准确度试验结果

溴虫氟苯双酰胺类似物 2 的准确度试验结果见表 8。

表8 9.1%甲维盐 SL 中溴虫氟苯双酰胺类似物 2 准确度试验结果

溶液名称	质量, g	加入溶液 A 体积, mL	理论加入质量, mg	峰面积	实测加入质量, mg	回收率, %	平均回收率, %
B	0.02586	/	/	592.52	/	/	100.5
R01	0.49441	3.0	1.55	451.59	1.56	100.9	
R02	0.51298	3.0	1.55	462.27	1.56	101.2	
B	0.02586	/	/	592.77	/	/	
R03	0.49914	5.0	2.58	571.80	2.58	100.1	
R04	0.49623	5.0	2.58	570.61	2.59	100.3	
B	0.02586	/	/	593.09	/	/	
R05	0.51608	8.0	4.13	758.93	4.12	100.0	
R06	0.49213	8.0	4.13	747.17	4.14	100.3	
B	0.02586	/	/	593.38	/	/	
注：							
1. 溴虫氟苯双酰胺类似物 2 标样质量分数为 99.7%；							
2. 样品中含有溴虫氟苯双酰胺类似物 2 质量以精密度测试中质量分数 0.479%乘以样品的称样量计算；							

3. 理论/实测加入质量均是以 100% 溴虫氟苯双酰胺类似物 2 计算。

从表 8 可以看出, 9.1%甲维盐 SL 中溴虫氟苯双酰胺类似物 2 回收率在 100.0%~101.2% 范围内, 平均回收率为 100.5%, 具有良好的准确度。

3.5 定量限 (LOQ)

本试验中, 方法线性试验溶液最低点 L1 浓度对应的试样中溴虫氟苯双酰胺类似物 1 (溴虫氟苯双酰胺类似物 2) 含量约为 0.1%, 以此含量为方法的定量限。对 L1 重复进样 6 次, 测定溴虫氟苯双酰胺类似物 1 (溴虫氟苯双酰胺类似物 2) 的信噪比, 两者的信噪比均远大于 10, 结果见表 9 和表 10。

表9 溴虫氟苯双酰胺类似物 1 定量限 (LOQ) 的试验结果

溶液名称	质量 (mg)	体积 (mL)	质量浓度 (mg/L)	峰面积	信噪比 (S/N≥10)
L1	0.992	50	19.6019	65.97	642.29
L1	0.992	50	19.6019	65.68	762.68
L1	0.992	50	19.6019	66.44	652.14
L1	0.992	50	19.6019	66.44	535.50
L1	0.992	50	19.6019	65.90	461.89
L1	0.992	50	19.6019	66.05	468.82
溴虫氟苯双酰胺类似物1检出限 (LOQ) 数据统计			峰面积标准偏差/SD		0.30
			峰面积相对标准偏差/RSD		0.54%
			信噪比判定		S/N均大于10

从表 9 中可以看出, 溴虫氟苯双酰胺类似物 1 的质量浓度在 20 mg/L 水平时, 相对标准偏差 (RSD) 和信噪比 (S/N) 满足要求, 能够定量检出。

表10 溴虫氟苯双酰胺类似物 2 定量限 (LOQ) 的试验结果

溶液名称	质量 (mg)	体积 (mL)	质量浓度 (mg/L)	峰面积	信噪比 (S/N≥10)
L1	1.02	50	20.3189	116.88	1077.85
L1	1.02	50	20.3189	117.30	1278.68
L1	1.02	50	20.3189	117.38	1084.21
L1	1.02	50	20.3189	117.56	895.94
L1	1.02	50	20.3189	116.81	780.85
L1	1.02	50	20.3189	116.95	801.23
溴虫氟苯双酰胺类似物2检出限 (LOQ) 数据统计			峰面积标准偏差/SD		0.31
			峰面积相对标准偏差/RSD		0.31%
			信噪比判定		S/N均大于10

从表 10 中可以看出, 溴虫氟苯双酰胺类似物 2 的质量浓度在 20 mg/L 水平时, 相对标准偏差 (RSD) 和信噪比 (S/N) 满足要求, 能够定量检出。

3.6 9.1%甲维盐 SL 实验室间协同验证结果

将用于建立方法的 9.1%甲维盐 SL 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 11~12，数据统计结果见表 13。

表11 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12 200g/L XXX 悬浮剂中 XXX 协同验证试验结果

单位名称	Day1 (XXX 质量分 数, %)		Day2 (XXX 质量分 数, %)		平均 值, %	标准偏 差, %
	1	2	1	2		

表13 20%XXX 水分散粒剂中 XXX 协同验证试验结果

单位名称	Day1 (XXX 质量分数, %)		Day2 (XXX 质量分数, %)		平均值, %	标准偏差, %
	1	2	1	2		

表14 各单位协同验证试验数据统计结果

有效成分	9.1%甲维盐SL中XXX	20%XXX水分散粒剂中XXX
总平均值 Y, %		
试验单位数 p		
重复性标准偏差 S _r , %		
再现性标准偏差 S _R , %		
重复性限 r		
再现性限 R		
重复性相对标准偏差 RSD _r , %		
再现性相对标准偏差 RSD _R , %		
霍维茨值 RSD _R (Hor), %		

从统计结果看, 200g/L XXX悬浮剂中XXX再现性相对标准偏差RSD_R为 %, 20%XXX水分散粒剂中XXX再现性相对标准偏差RSD_R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XXX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 线性色谱图

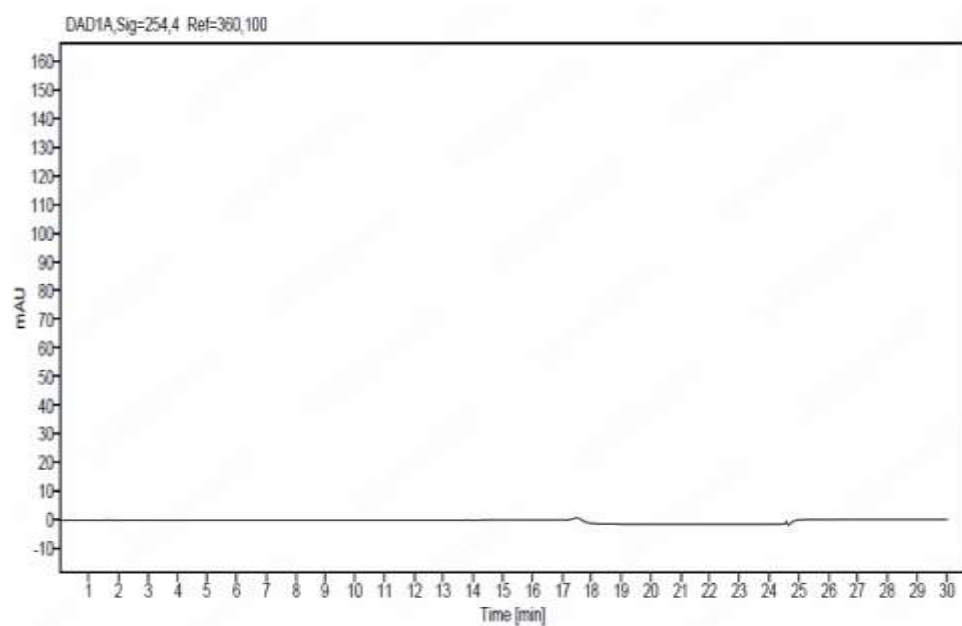


图7 空白溶剂高效液相色谱图

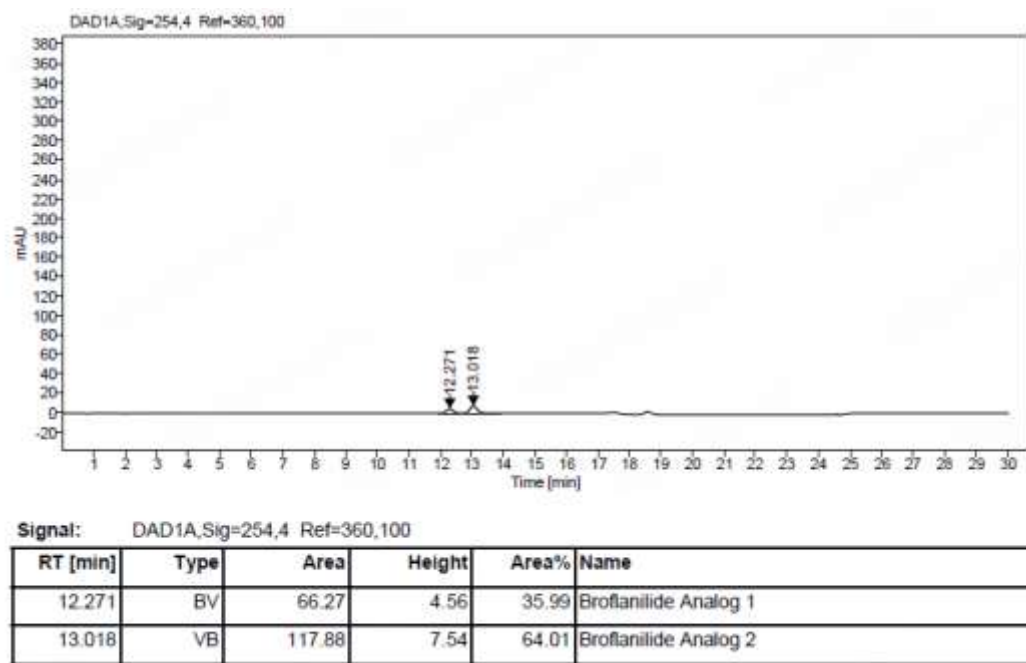


图8 溴虫氟苯双酰胺类似物 1（溴虫氟苯双酰胺类似物 2）线性溶液 L1 高效液相色谱图

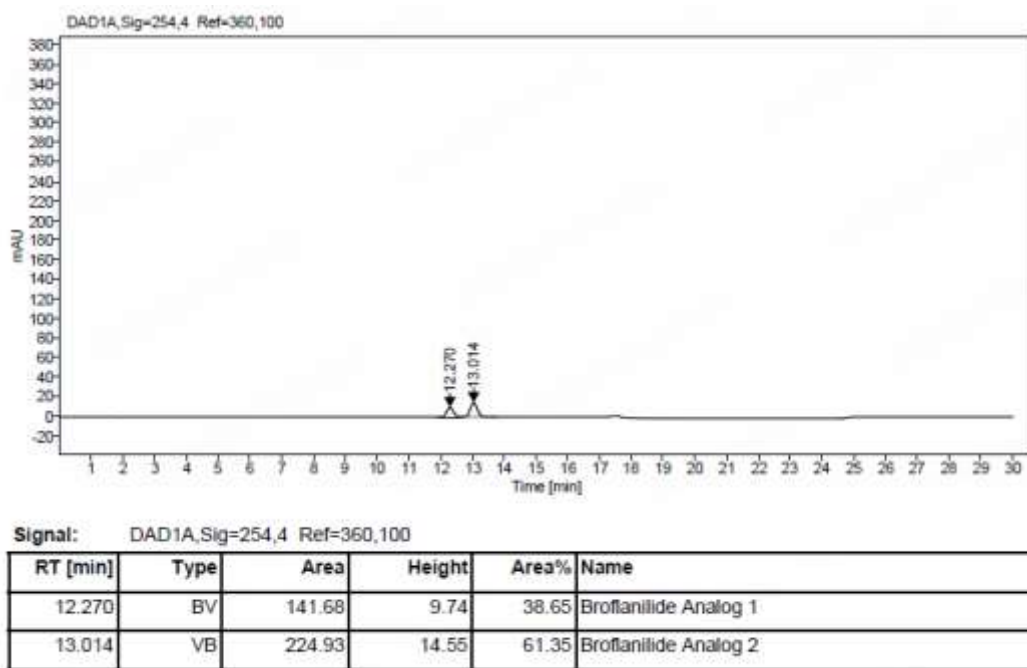


图9 溴虫氟苯双酰胺类似物 1（溴虫氟苯双酰胺类似物 2）线性溶液 L2 高效液相色谱图

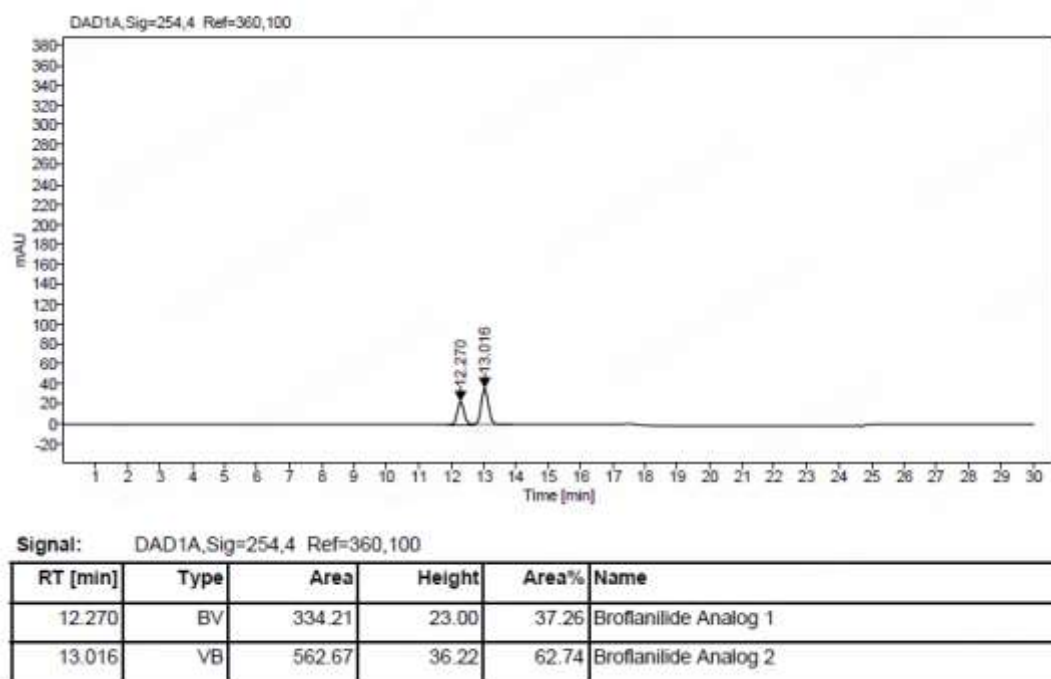


图10 溴虫氟苯双酰胺类似物 1（溴虫氟苯双酰胺类似物 2）线性溶液 L3 高效液相色谱图

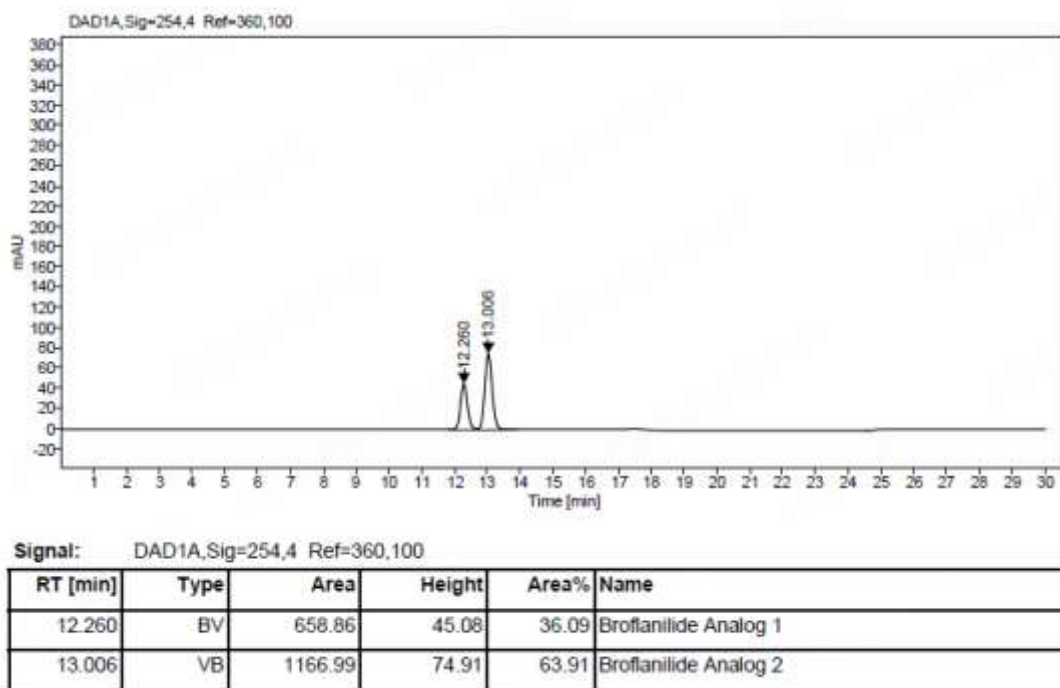


图11 溴虫氟苯双酰胺类似物 1（溴虫氟苯双酰胺类似物 2）线性溶液 L4 高效液相色谱图

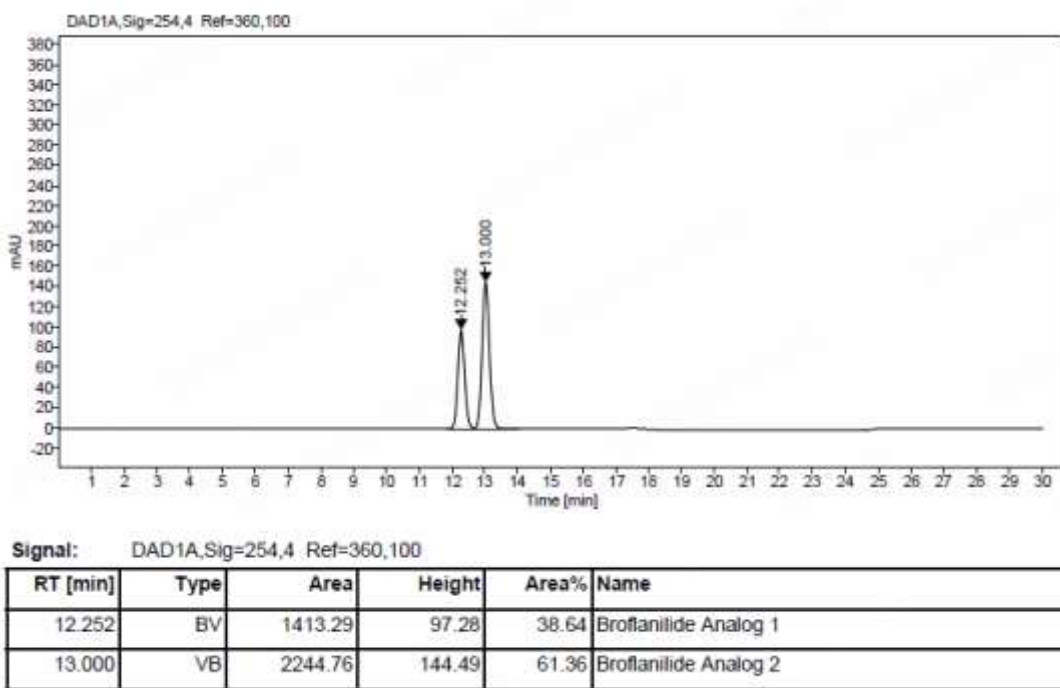


图12 溴虫氟苯双酰胺类似物 1（溴虫氟苯双酰胺类似物 2）线性溶液 L5 高效液相色谱图

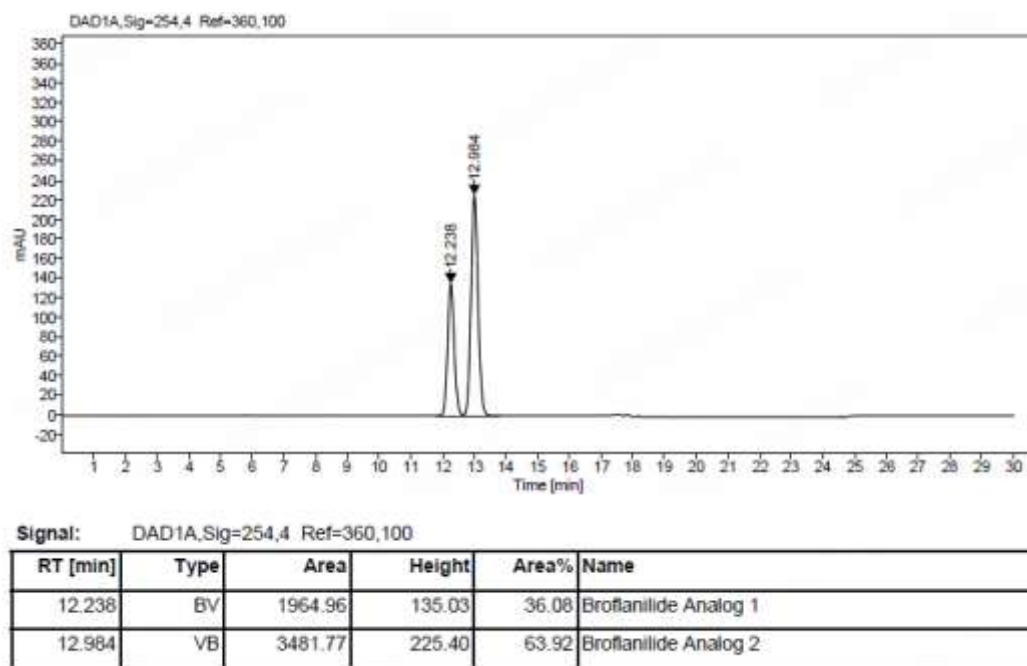


图13 溴虫氟苯双酰胺类似物 1（溴虫氟苯双酰胺类似物 2）线性溶液 L6 高效液相色谱图

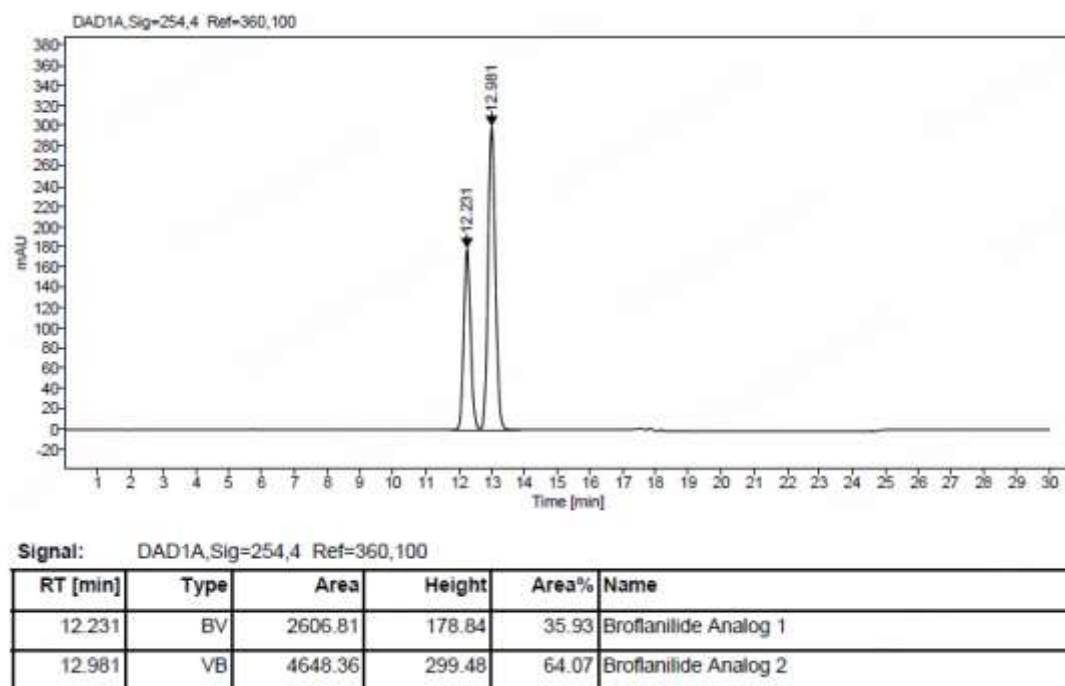


图14 溴虫氟苯双酰胺类似物 1（溴虫氟苯双酰胺类似物 2）线性溶液 L7 高效液相色谱图

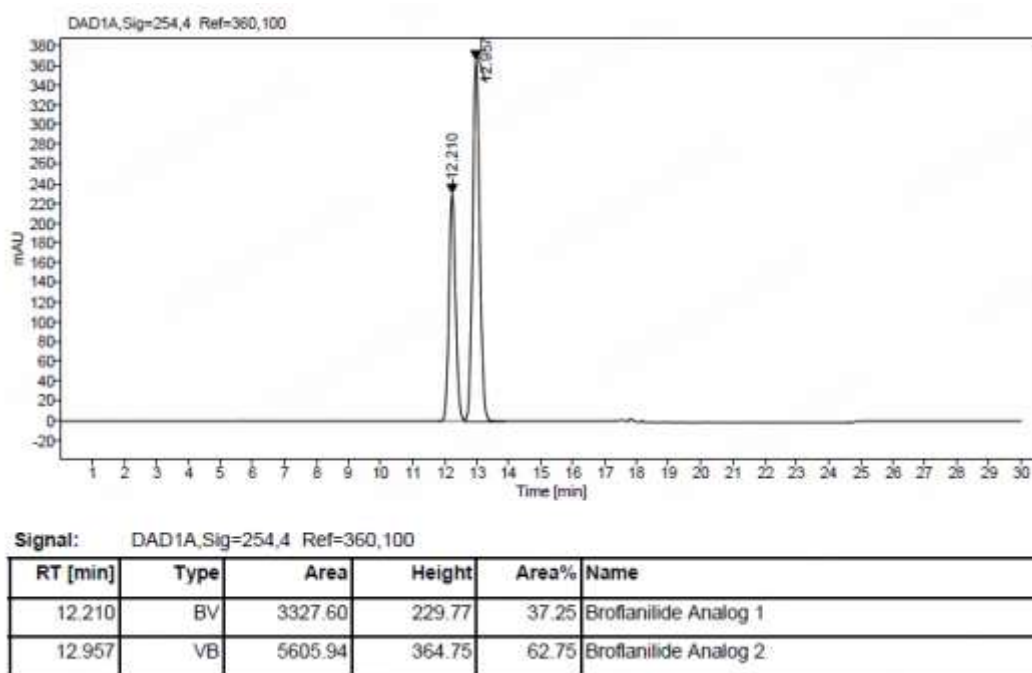


图15 溴虫氟苯双酰胺类似物 1（溴虫氟苯双酰胺类似物 2）线性溶液 L8 高效液相色谱图

4.2 精密度色谱图

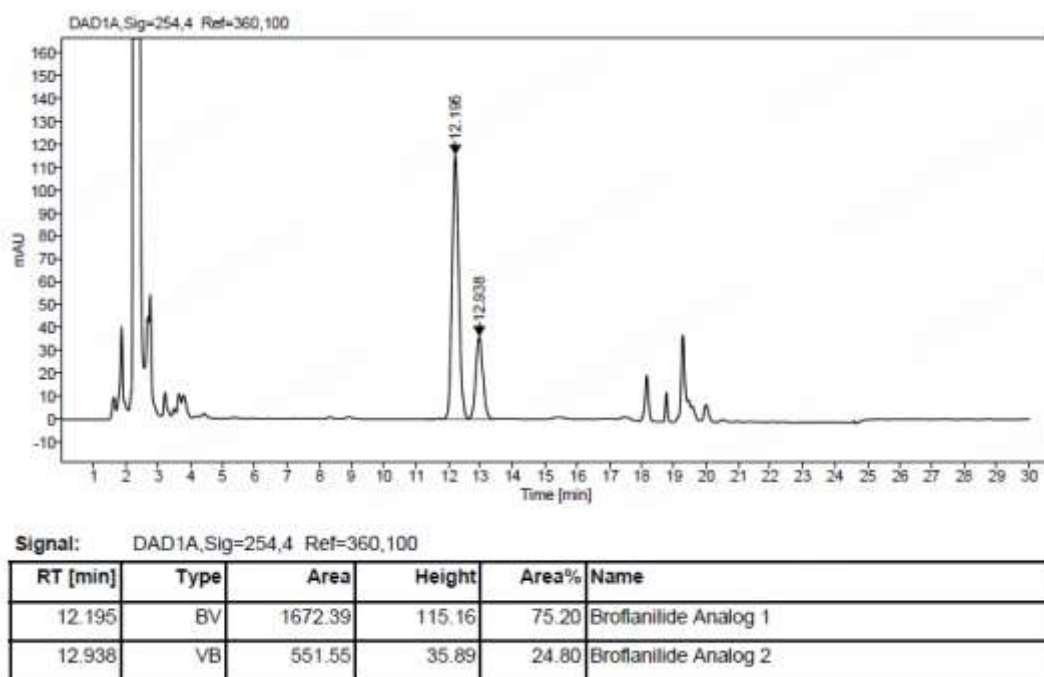


图16 9.1%甲维盐 SL 精密度溶液 T1 高效液相色谱图

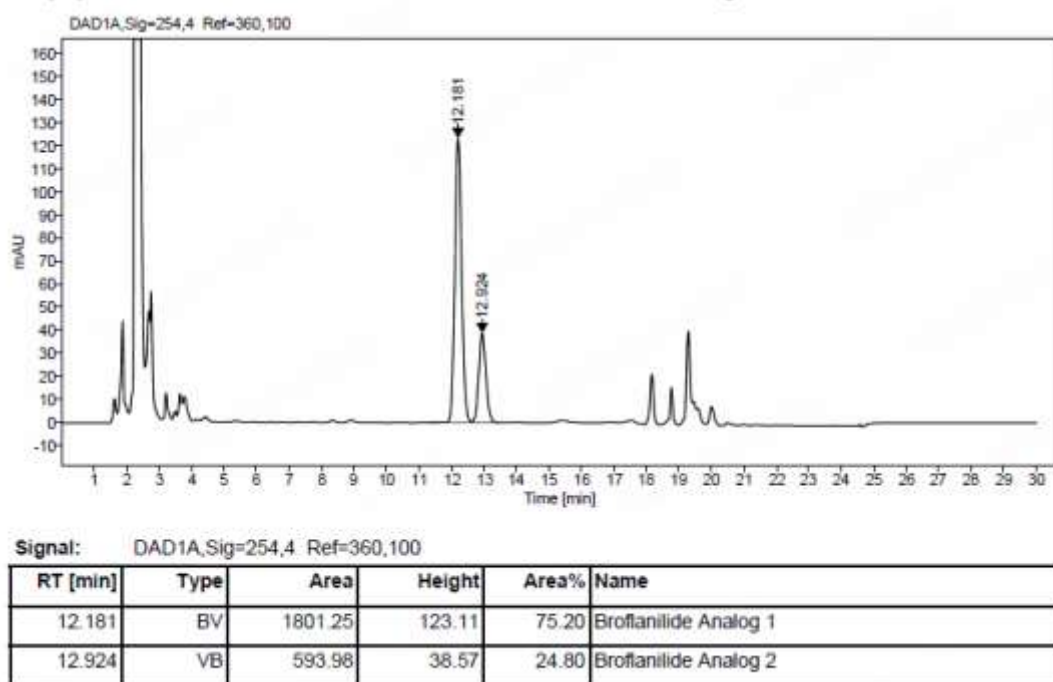


图17 9.1%甲维盐 SL 精密度溶液 T2 高效液相色谱图

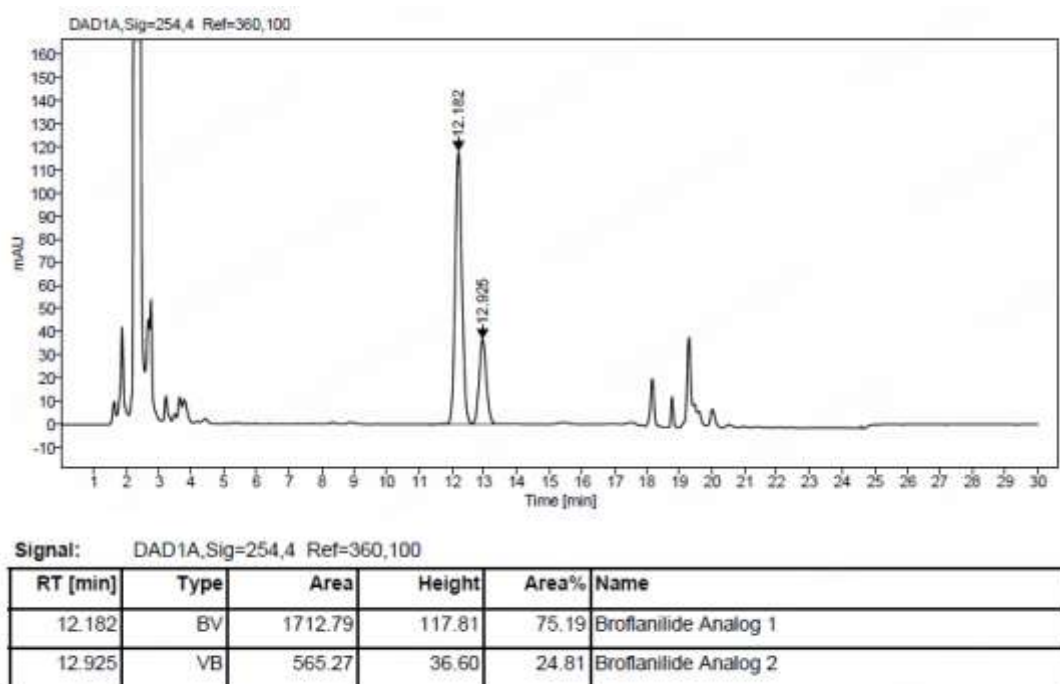


图18 9.1%甲维盐 SL 精密度溶液 T3 高效液相色谱图

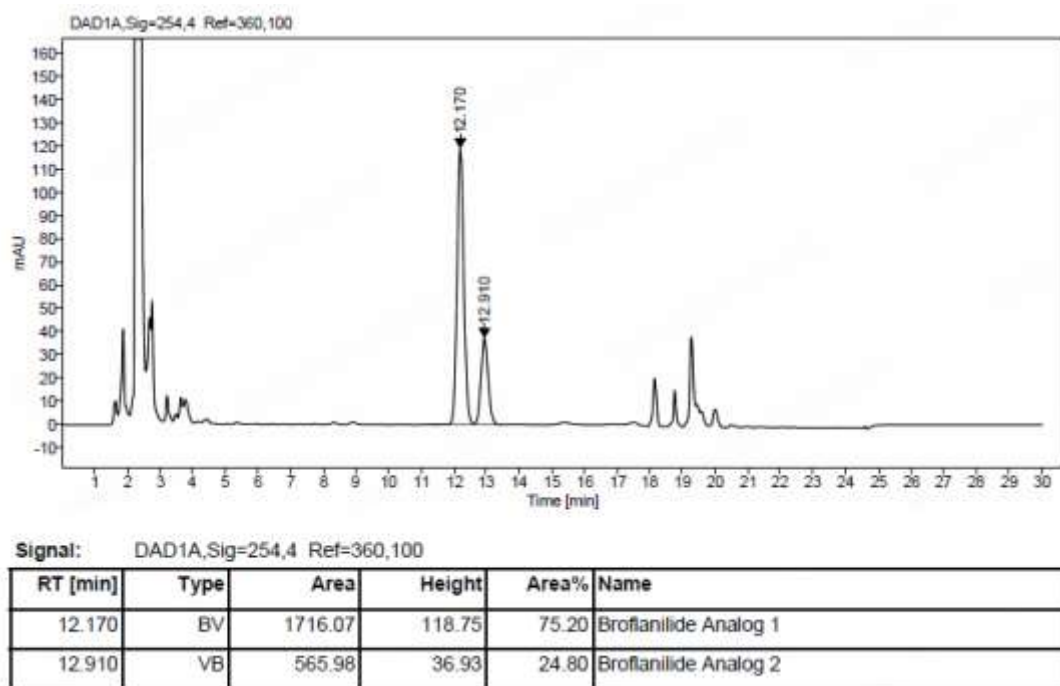


图19 9.1%甲维盐 SL 精密度溶液 T4 高效液相色谱图

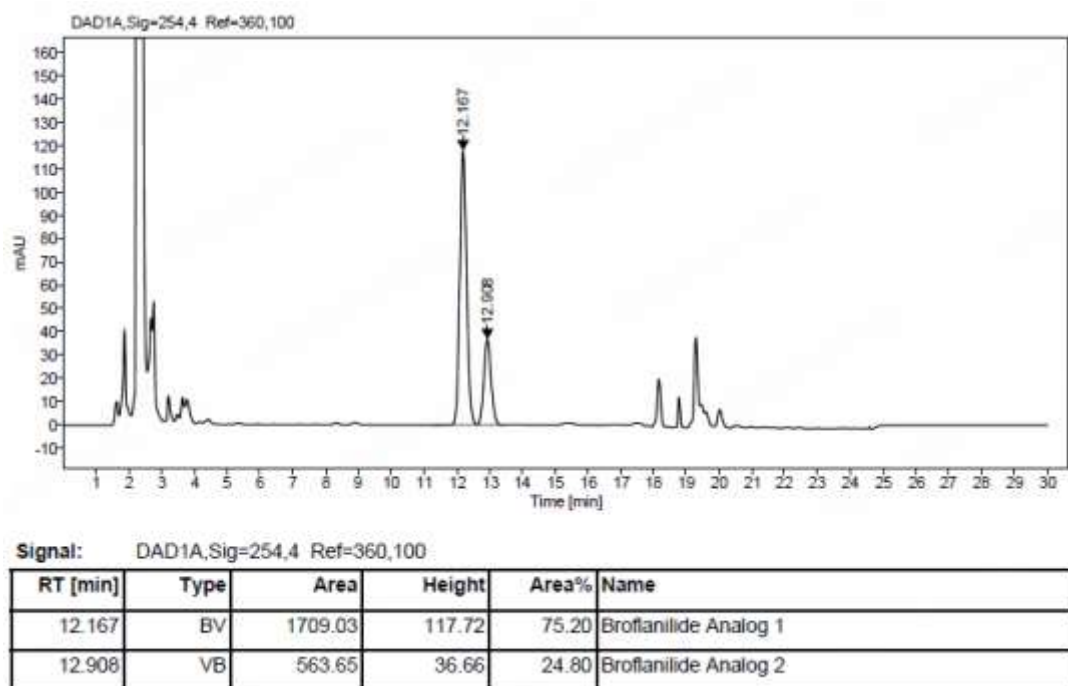


图20 9.1%甲维盐 SL 精密度溶液 T5 高效液相色谱图

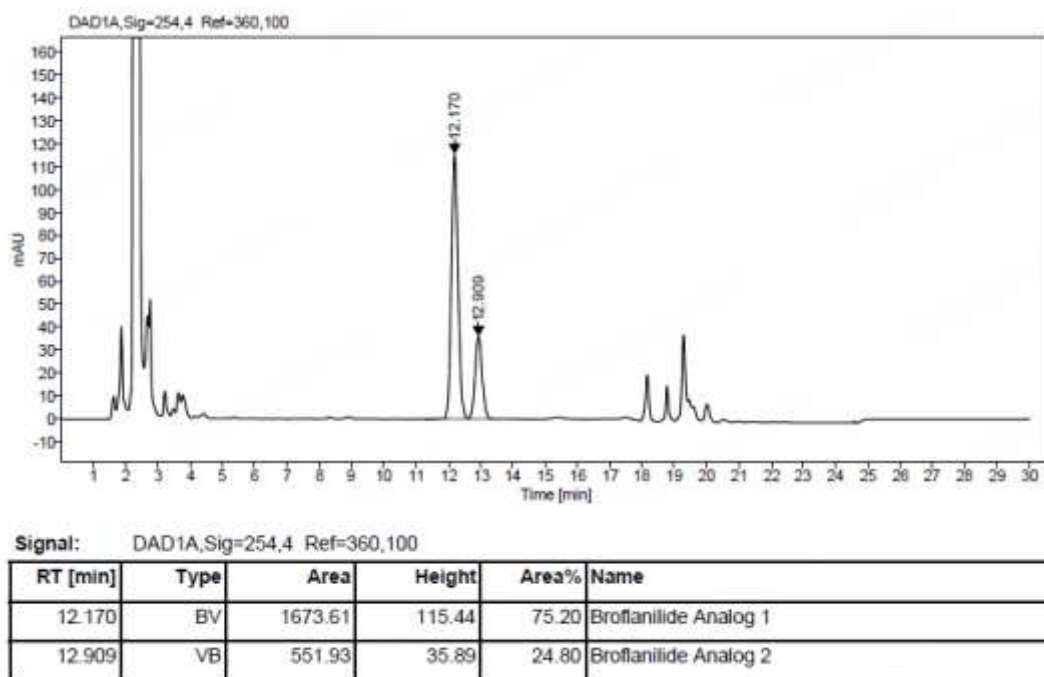


图21 9.1%甲维盐 SL 精密度溶液 T6 高效液相色谱图

4.3 准确度色谱图

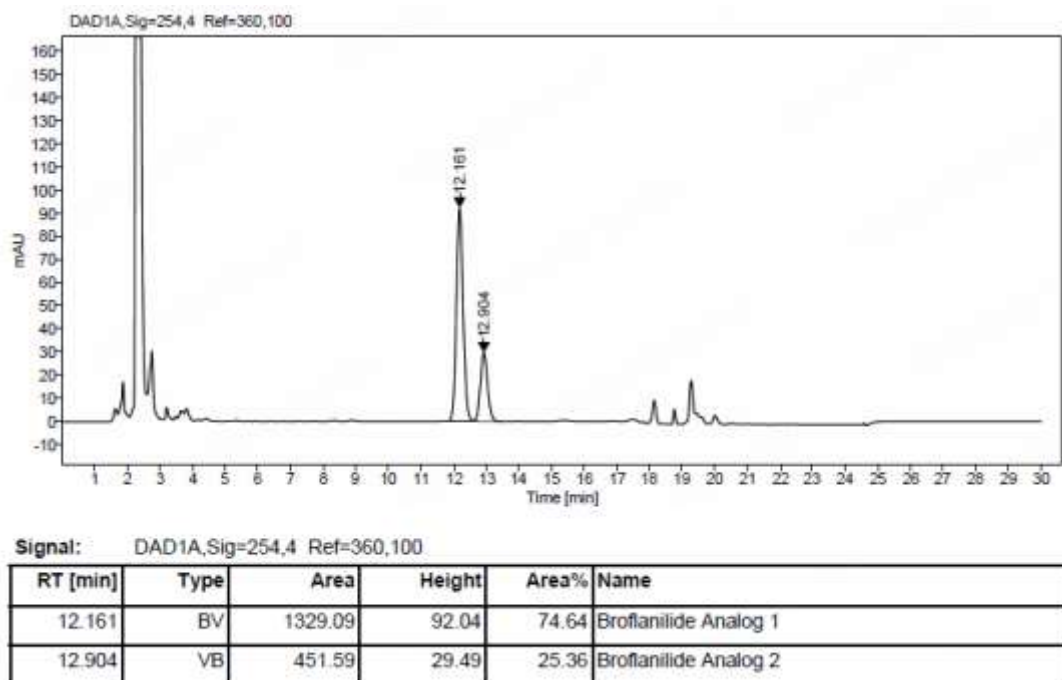


图22 9.1%甲维盐 SL 准确度溶液 R01 高效液相色谱图

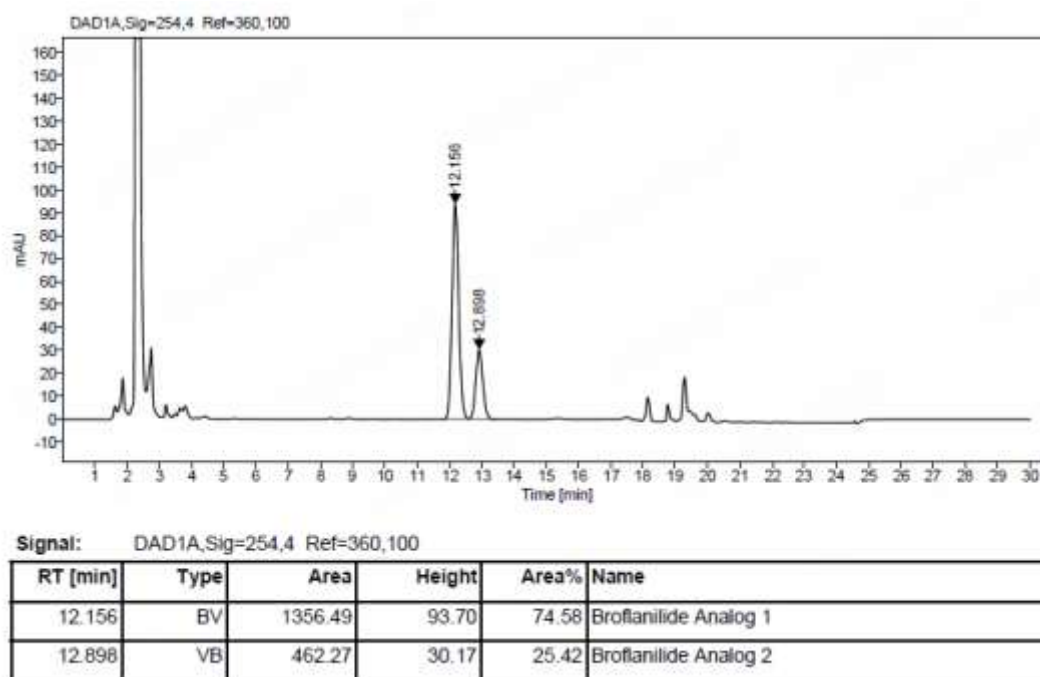


图23 9.1%甲维盐 SL 准确度溶液 R02 高效液相色谱图

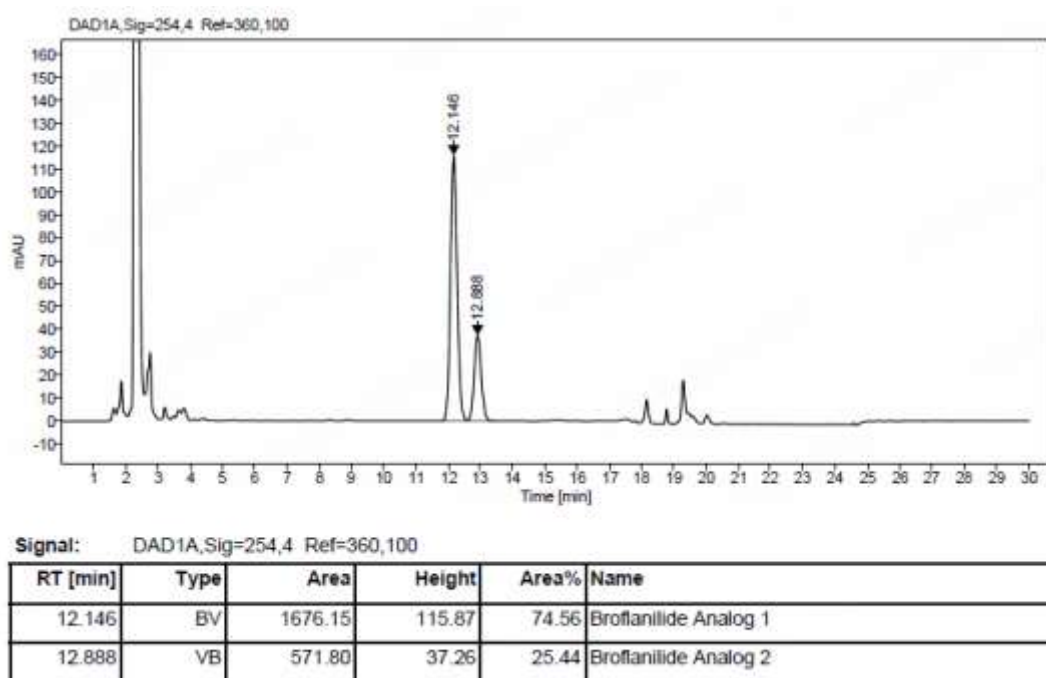
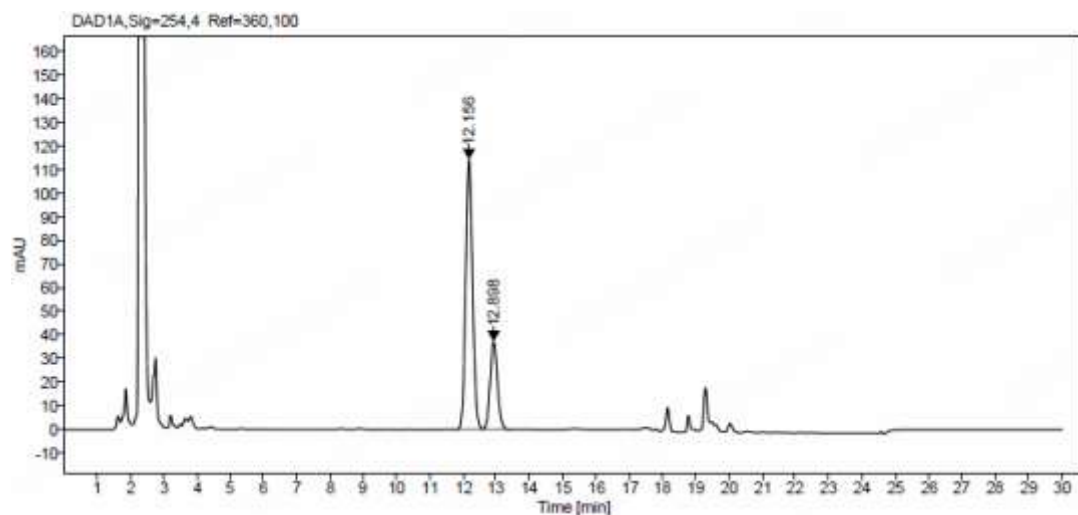


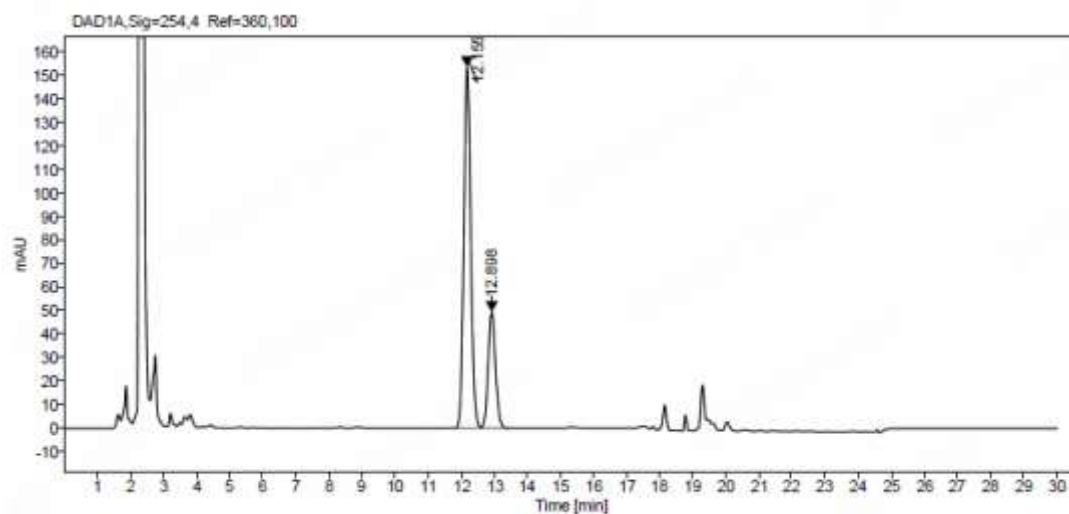
图24 9.1%甲维盐 SL 准确度溶液 R03 高效液相色谱图



Signal: DAD1A,Sig=254,4 Ref=360,100

RT [min]	Type	Area	Height	Area%	Name
12.156	BV	1648.11	114.13	74.28	Broflanilide Analog 1
12.898	VB	570.61	37.13	25.72	Broflanilide Analog 2

图25 9.1%甲维盐 SL 准确度溶液 R04 高效液相色谱图



Signal: DAD1A,Sig=254,4 Ref=360,100

RT [min]	Type	Area	Height	Area%	Name
12.155	BV	2222.14	153.41	74.54	Broflanilide Analog 1
12.898	VB	758.93	49.26	25.46	Broflanilide Analog 2

图26 9.1%甲维盐 SL 准确度溶液 R05 高效液相色谱图

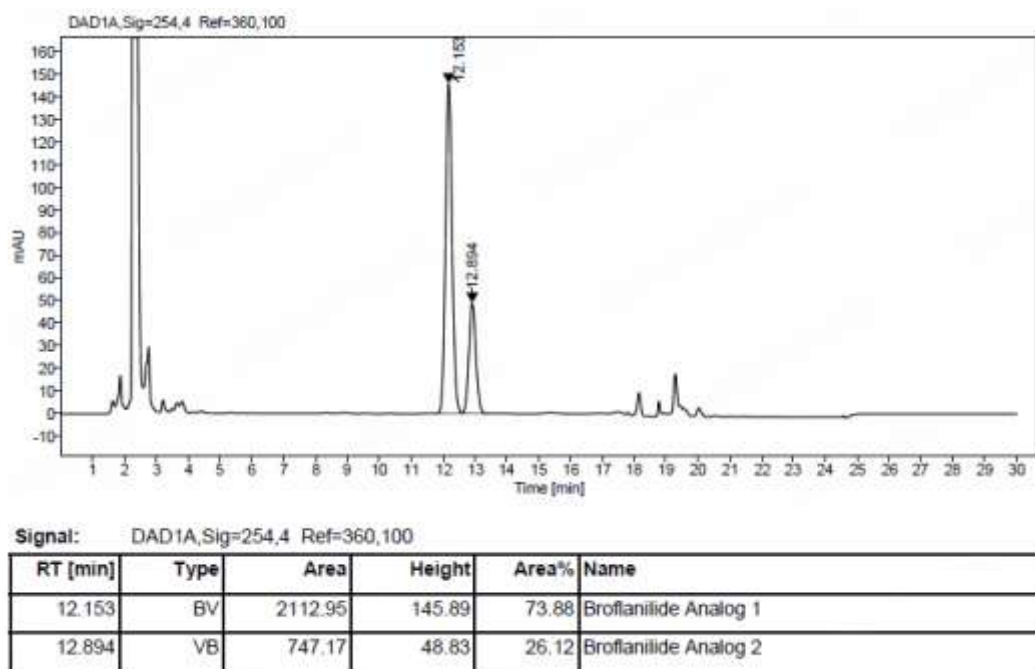


图27 9.1%甲维盐 SL 准确度溶液 R06 高效液相色谱图

4.4 定量限 (LOQ) 色谱图

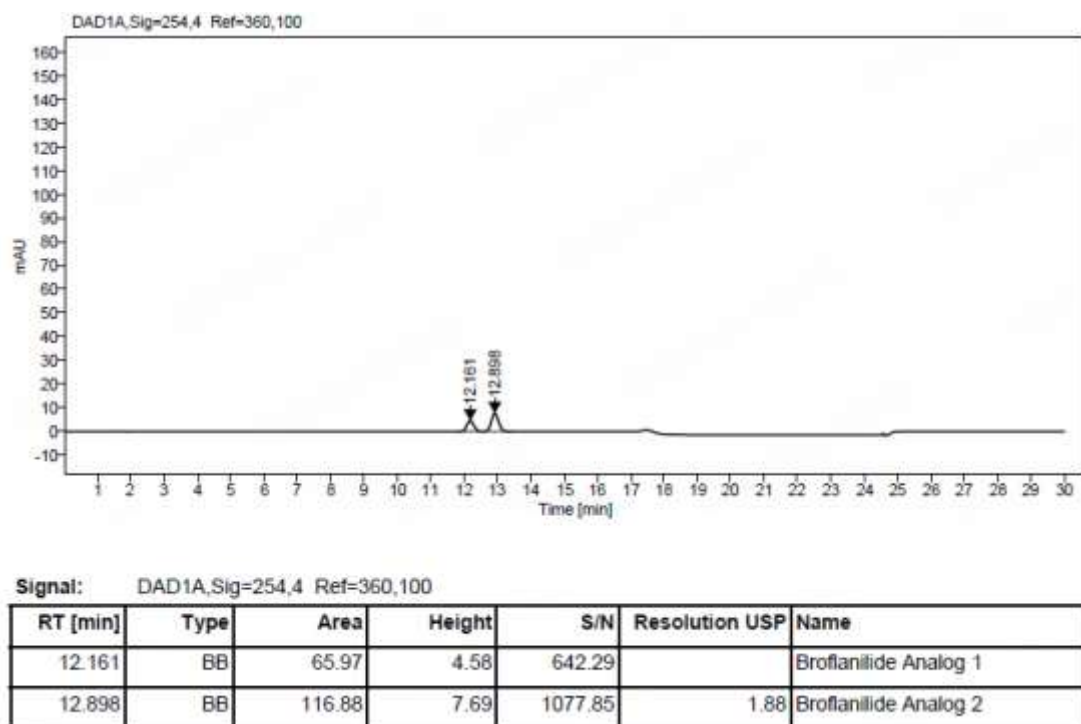
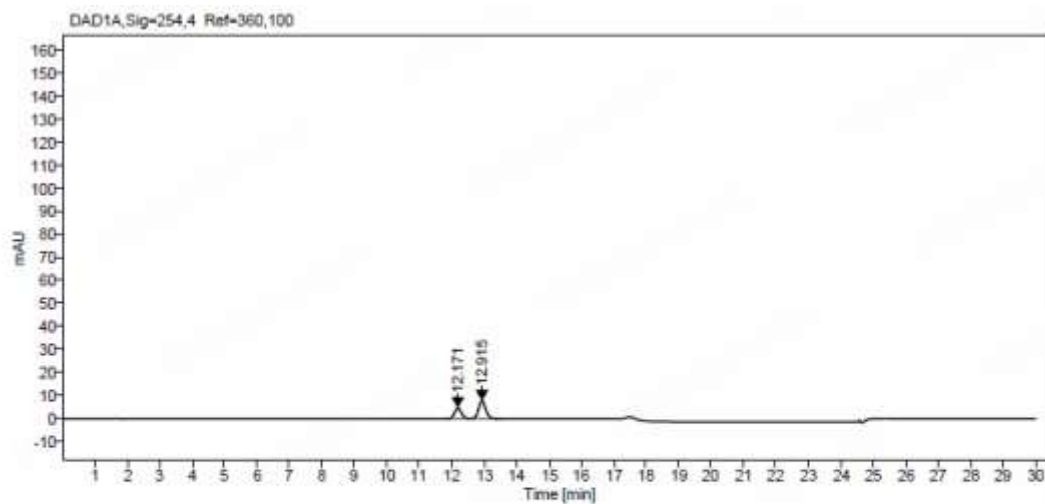


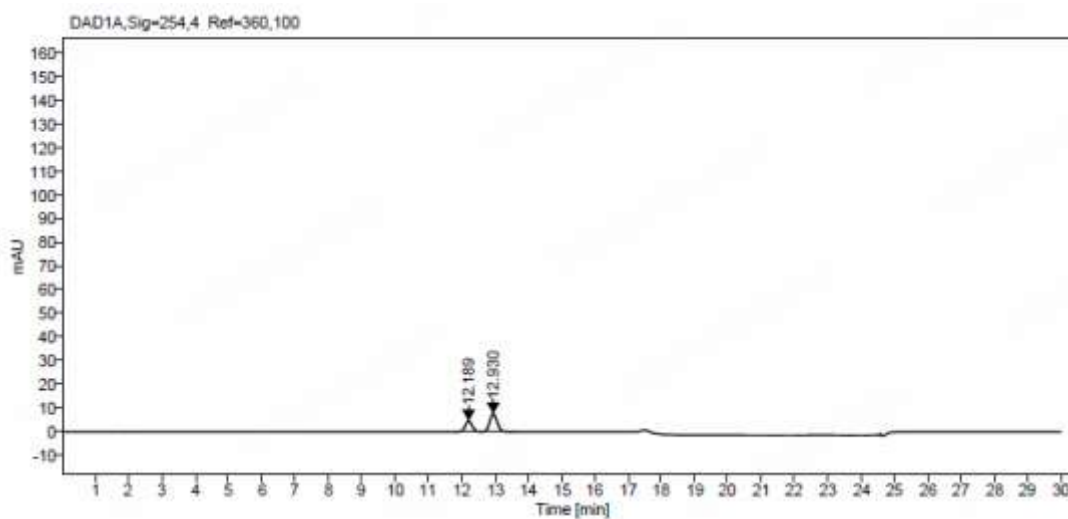
图28 溴虫氟苯双酰胺类似物 1（溴虫氟苯双酰胺类似物 2）定量限溶液 L1-1 高效液相色谱图



Signal: DAD1A,Sig=254,4 Ref=360,100

RT [min]	Type	Area	Height	S/N	Resolution USP	Name
12.171	BV	65.68	4.57	762.68		Broflanilide Analog 1
12.915	VB	117.30	7.66	1278.68	1.90	Broflanilide Analog 2

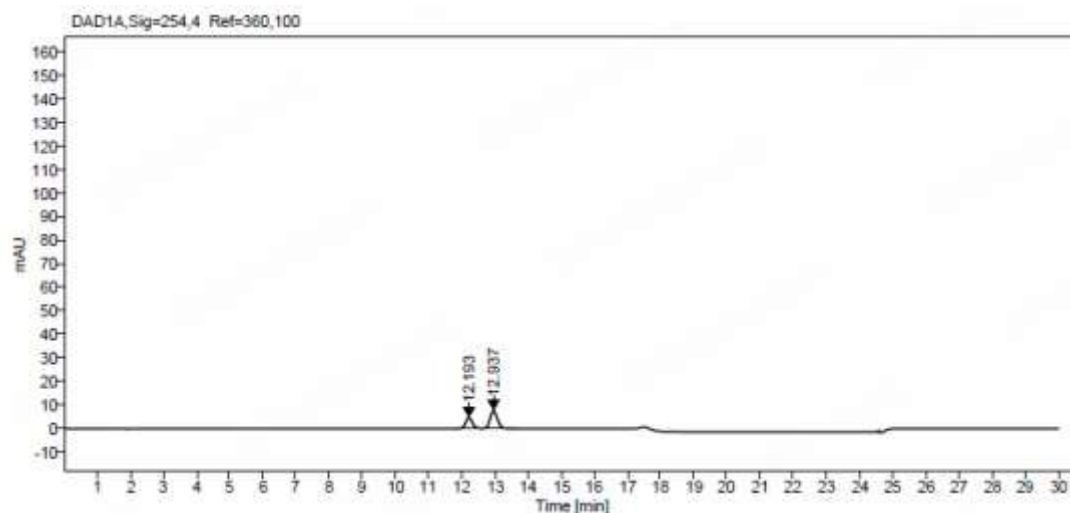
图29 溴虫氟苯双酰胺类似物 1（溴虫氟苯双酰胺类似物 2）定量限溶液 L1-2 高效液相色谱图



Signal: DAD1A,Sig=254,4 Ref=360,100

RT [min]	Type	Area	Height	S/N	Resolution USP	Name
12.189	BV	66.44	4.57	652.14		Broflanilide Analog 1
12.930	VB	117.38	7.60	1084.21	1.87	Broflanilide Analog 2

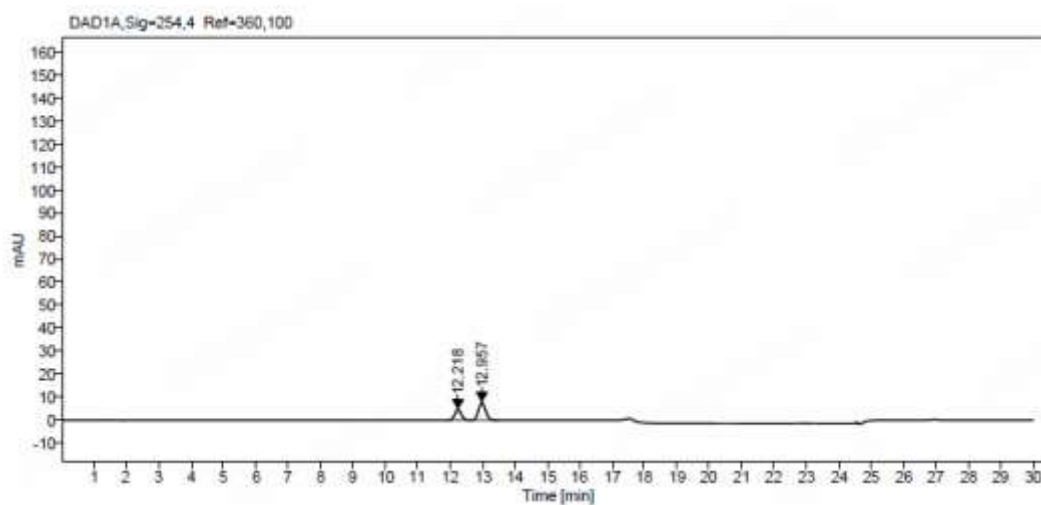
图30 溴虫氟苯双酰胺类似物 1（溴虫氟苯双酰胺类似物 2）定量限溶液 L1-3 高效液相色谱图



Signal: DAD1A,Sig=254,4 Ref=360,100

RT [min]	Type	Area	Height	S/N	Resolution USP	Name
12.193	BV	66.44	4.53	535.50		Broflanilide Analog 1
12.937	VB	117.56	7.58	895.94	1.86	Broflanilide Analog 2

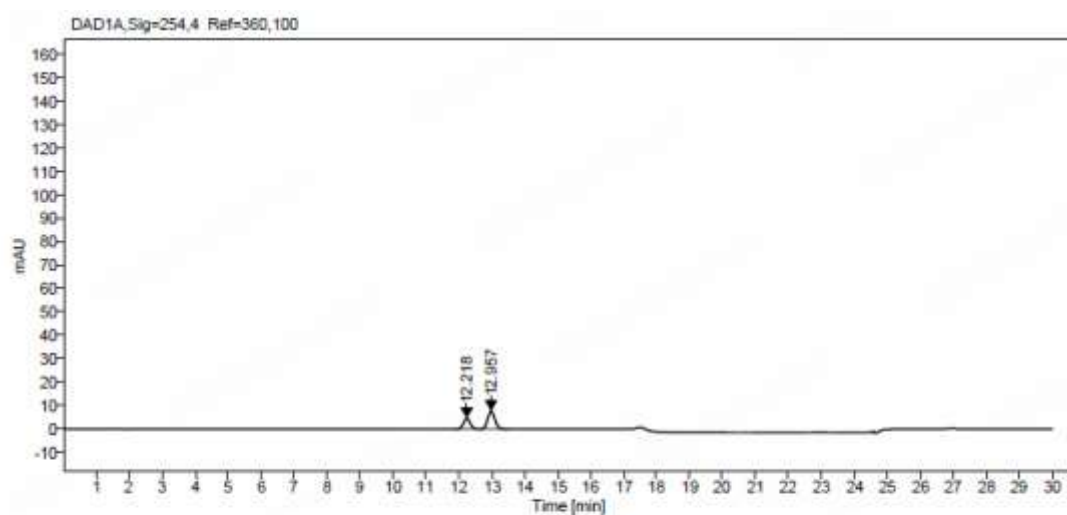
图31 溴虫氟苯双酰胺类似物 1（溴虫氟苯双酰胺类似物 2）定量限溶液 L1-4 高效液相色谱图



Signal: DAD1A,Sig=254,4 Ref=360,100

RT [min]	Type	Area	Height	S/N	Resolution USP	Name
12.218	BB	65.90	4.52	461.89		Broflanilide Analog 1
12.957	BB	116.81	7.64	780.85	1.87	Broflanilide Analog 2

图32 溴虫氟苯双酰胺类似物 1（溴虫氟苯双酰胺类似物 2）定量限溶液 L1-5 高效液相色谱图



Signal: DAD1A, Sig=254,4 Ref=360,100

RT [min]	Type	Area	Height	S/N	Resolution USP	Name
12.223	BB	66.05	4.52	468.82		Broflanilide Analog 1
12.959	BB	116.95	7.64	801.23	1.87	Broflanilide Analog 2

图33 溴虫氟苯双酰胺类似物 1（溴虫氟苯双酰胺类似物 2）定量限溶液 L1-6 高效液相色谱图

4.5 协同验证色谱图

图34 200g/L XXX 悬浮剂高效液相色谱图（XX 公司）

图35 200g/L XXX 悬浮剂高效液相色谱图（XX 院）

图36 200g/L XXX 悬浮剂高效液相色谱图（XX 公司）

图37 200g/L XXX 悬浮剂高效液相色谱图（XX 公司）

图38 20% XXX 水分散粒剂高效液相色谱图（XX 公司）

图39 20% XXX 水分散粒剂高效液相色谱图 (XX 院)

图40 20% XXX 水分散粒剂高效液相色谱图 (XX 公司)

图41 20% XXX 水分散粒剂高效液相色谱图 (XX 公司)