



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2420—2010

杀虫剂噻虫嗪颗粒剂有效成分含量的测定 高效液相色谱法

Determination of active ingredient content in insecticide thiamethoxam
water dispersible granules—High performance liquid chromatography

2010-01-10 发布

2010-07-16 实施

中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发 布

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
杀虫剂噻虫嗪颗粒剂有效成分含量的测定
高效液相色谱法
SN/T 2420—2010

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7 千字
2010 年 4 月第一版 2010 年 4 月第一次印刷
印数 1—1 600

*

书号: 155066 • 2-20682 定价 14.00 元

前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国上海出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：孙敦伟、吴晓红、周宇艳。

本标准系首次发布的检验检疫行业规程。

杀虫剂噻虫嗪颗粒剂有效成分含量的测定

高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了杀虫剂噻虫嗪颗粒剂(WG)中有效成分含量的液相色谱测定方法。

本标准适用于杀虫剂噻虫嗪颗粒剂(WG)中有效成分含量的检测。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

用水和乙腈将试样溶解后用流动相定容,并过滤之。采用反相高效液相色谱法测定。外标法定量。

4 试剂和材料

除非另有规定,仅使用分析纯试剂,实验所用水应符合 GB/T 6682 中一级水要求。

- 4.1 乙腈:HPLC 级。
- 4.2 甲醇:HPLC 级。
- 4.3 磷酸:纯度 85.0%以上。
- 4.4 噻虫嗪标准品:已知含量。
- 4.5 针头式过滤器:尼龙质,0.45 μm 。
- 4.6 过滤膜:尼龙质或再生纤维素质,0.45 μm 。

5 仪器和设备

- 5.1 高效液相色谱仪:配有紫外检测器。
- 5.2 色谱柱: C_{18} 柱,250 mm \times 4.6 mm(内径)不锈钢柱,5 μm ,或相当者。
- 5.3 超声仪。
- 5.4 容量瓶:50 mL 和 100 mL。
- 5.5 分析天平,感量 0.01 mg 或 0.1 mg。
- 5.6 称量舟。

6 测定步骤

6.1 直接称量法

6.1.1 标样溶液的配制

称取噻虫嗪标准品约 0.02 g(精确至 0.000 02 g),置于 100 mL 容量瓶中,用 5 mL 水和 50 mL 乙腈(4.1)溶解样品,然后用乙腈(4.1)作稀释剂,稀释至刻度,在超声波水浴中超声约 5 min 后摇匀。该标准工作溶液,置于 0 $^{\circ}\text{C}$ ~5 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱内备用,有效期半年。

注:本标准的称量范围为:0.01 g~0.06 g。

6.1.2 试样溶液的配制

称取相当于原药约 0.02 g 的试样(精确至 0.000 02 g),置于 100 mL 容量瓶中,用 1 mL 水和 10 mL 乙腈(4.1)溶解样品,然后用流动相作稀释剂,稀释至刻度,在超声波水浴中超声 5 min 后摇匀。用 0.45 μm 滤膜过滤后供液相色谱测定。

6.2 间接称量法

6.2.1 标样溶液的配制

称取噻虫嗪标准品约 0.2 g(精确至 0.000 2 g),置于 100 mL 容量瓶中,用 5 mL 水和 50 mL 乙腈(4.1)溶解样品,然后用乙腈(4.1)作稀释剂,稀释至刻度,在超声波水浴中超声约 5 min 后摇匀。该标准储备溶液,置于 0℃~5℃冰箱内备用,有效期半年。

检测时,用 10 mL 移液管准确吸取 10 mL 上述标准储备溶液,转移至 100 mL 容量瓶中,然后用乙腈(4.1)作稀释剂,稀释至刻度。

6.2.2 试样溶液的配制

称取相当于原药约 0.2 g 的试样(精确至 0.000 2 g),置于 100 mL 容量瓶中,用 1 mL 水和 10 mL 乙腈(4.1)溶解样品,然后用流动相作稀释剂,稀释至刻度。在超声波水浴中超声 5 min 后摇匀。然后,用 10 mL 移液管准确吸取 10 mL 上述试样浓溶液,转移至 100 mL 容量瓶中,然后用流动相作稀释剂,稀释至刻度。用 0.45 μm 滤膜过滤后供液相色谱测定。

6.3 测定

6.3.1 色谱操作条件

由于测试结果取决于所使用的仪器,因此不可能给出仪器的普遍参数。采用以下参数已被证明对测试是合格的。

- a) 流动相:甲醇+0.1%磷酸水溶液=25+75(体积比);
- b) 流速:1.0 mL/min;
- c) 检测波长:254 nm;
- d) 柱温:40.0℃;
- e) 进样量:8.0 μL;
- f) 保留时间:噻虫嗪,约 8.7 min;
- g) 总检测时间:约 15 min。

6.3.2 色谱测定

在上述操作条件下,用流动相平衡 2 h,待仪器稳定后,连续注入数针标样溶液,计算各针峰面积响应值的重复性,待相邻两针的峰面积响应值变化小于 1.0%,按下列顺序进行液相色谱分析:

标样溶液 A→试样溶液 A→试样溶液 B→标样溶液 B。

注:典型的液相色谱图参见附录 A。

7 结果计算和表述

用色谱数据处理器或按式(1)计算试样中噻虫嗪的含量:

$$X = \frac{A_2 \times m_1 \times P}{A_1 \times m_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X——试样中噻虫嗪的含量,%;

A₁——两针标样溶液中噻虫嗪峰面积的平均值;

A₂——两针试样溶液中噻虫嗪峰面积的平均值;

m₁——噻虫嗪标样的质量,单位为克(g);

m₂——试样的质量,单位为克(g);

P ——噻虫嗪标准品的含量，%。

计算结果保留三位有效数字。

8 精密度

在 8 个实验室，对 2 个水平的试样进行方法精密度试验，结果见表 1。

表 1 方法精密度

水平/%	重复性限		再现性限	
	S_r	r_{95}	S_R	R_{95}
70	0.391 1	1.10	0.545 5	1.53
25	0.173 4	0.49	0.173 4	0.49

附录 A
(资料性附录)
噻虫嗪试样的标准色谱图

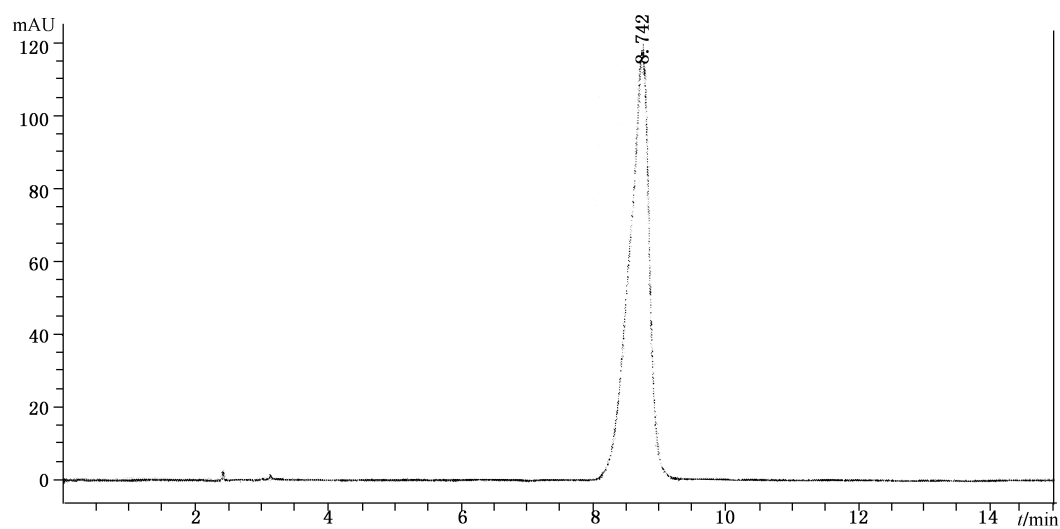


图 A.1 噻虫嗪试样的标准色谱图



SN/T 2420-2010

书号:155066 • 2-20682

定价: 14.00 元