



# 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2527—2010

## 液相色谱测定进口农药有效成分通则

General rules for determination of active ingredient content  
of pesticides for import  
by high performance liquid chromatography

2010-03-02 发布

2010-09-16 实施



中 华 人 民 共 和 国  
国家质量监督检验检疫总局 发 布

## 前 言

本标准的附录 B 为规范性附录,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、蒋海宁。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

## 液相色谱测定进口农药有效成分通则

### 1 范围

本标准规定了进口农药有效成分的液相色谱测定。

本标准适用于进口农药有效成分的液相色谱测定。

### 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 3100 国际单位制及其应用

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987,NEQ)

GB/T 15000.4 标准样品工作导则 标准样品证书和标签的内容(GB/T 15000.4—2003,ISO Guide 31:2000,IDT)

GB/T 15000.8 标准样品工作导则 有证标准样品的使用(GB/T 15000.8—2003,ISO Guide 33:2000,IDT)

GB/T 20001.4 标准编写规则 第4部分:化学分析方法

JJG 705 液相色谱仪

### 3 方法原理

农药样品用合适的溶剂溶解,经适当的样品前处理后,将试样经定容管由六通阀注入液相色谱仪进行分析,利用流动相体系对被测组分的极性差异和被测各组分在液固或液液两相间的吸附或分配等物化性质差异,在色谱柱内进行分离。分离后的各组分进入检测器,由数据处理系统记录色谱图及相应数据。各组分的保留值和色谱峰面积或相应的峰高值分别作为定性和定量的依据。

### 4 试剂和材料

4.1 试剂:除非另有规定,使用分析纯试剂。

4.2 流动相和溶剂用试剂:使用 HPLC 级试剂。

4.3 水:GB/T 6682,一级水。

4.4 标准样品:应使用符合 GB/T 15000.8 要求的有证标准样品。

### 5 色谱柱的选择原则

#### 5.1 液相色谱柱的品种类型

液相色谱的固定相,按洗脱模式,可分为:反相、正相、离子交换和凝胶渗透;按分离机理,可分为:吸附、键合、离子交换和凝胶。在农药的检测中,将用到除凝胶色谱以外的其他三者。

液相色谱柱按品种类型分类有:阳离子交换柱,阴离子交换柱,反相柱,氰基柱,氨基柱,正相柱,键合型手性柱,涂沫型手性柱。

在农药检测中,可用的固定相见表 1。

表 1 可用的固定液

固 定 相	注 释
硅胶(如;Zorbax-Sil 等)	极性正相柱,液-固吸附色谱,吸附固定相
二醇基,氰基(CN),氨基(NH <sub>2</sub> )	极性正/反相柱,液-液分配色谱,键合固定相
C <sub>18</sub> ,C <sub>8</sub> ,苯基硅烷,二甲基硅烷,TMS	非极性反相柱,液-液分配色谱,键合固定相
磺酸基(Zorbax SCX 等)	阳离子交换柱,液-液分配色谱,键合固定相
季氨基(Zorbax SAX 等)	阴离子交换柱,液-液分配色谱,键合固定相
螺旋形聚合物型(如,Daicel 公司纤维素酯类的 OA、OB、OK、OD 等柱和淀粉酯类的 AS 等柱)	涂沫型手性柱,液-液分配色谱
多重相互作用型(即,刷型,Pirkle 型)(如,OA-2000- I ,Chirex 3001,Sumichiral OA-2000 等柱)	键合型手性柱,液-液分配色谱

5.2 液相色谱柱的选用原则  
按规定使用的标准,选用合适类型、柱长、内径、填料粒度的具体型号色谱柱。

6 仪器

- 6.1 分析天平,感度 0.1 mg 或 0.01 mg。
- 6.2 高效液相色谱系统,满足或不低于 JJG 705 检定要求。

7 样品溶液配制

- 7.1 可采用直接称量法或间接称量法。
- 7.2 称量精度:精确至 0.2 mg 或 0.02 mg。
- 7.3 称量有效位数:不少于四位有效数。
- 7.4 称样量原则:
  - a) 在线性范围内;
  - b) 满足称量有效位数精度;
  - c) 满足定量检测限(LOQ);
  - d) 满足进样定容管规格;
  - e) 满足 HPLC 仪器检测精度(1%RSD)。
- 7.5 样品溶液的保存:除非另有规定,置于 0℃~5℃ 冰箱内备用。

注:直接称量法:样品直接称入容量瓶中溶解定容,不再采用移液管转移稀释。  
间接称量法:在配制样品溶液的过程中,将采用移液管转移稀释的方法,以满足检测的线性范围。

8 检测

- 8.1 流动相和样品溶液的过滤  
所有的流动相,均应脱气和经 0.45 μm 滤膜过滤。  
所有样品溶液,在进样前均须经 0.45 μm 滤器过滤。
- 8.2 流动相的淋洗方式  
按标准要求,可采用:等度洗脱或梯度洗脱。
- 8.3 色谱条件的优化  
标准中给出的液相色谱条件系通用的操作参数,可根据不同仪器的特点,对给定操作参数作适当调整,以期获最佳分离效果。

#### 8.4 色谱系统的平衡与测定

在规定的操作条件下,用流动相平衡系统,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%,按标准中规定的进样顺序进行液相色谱分析。

### 9 定量分析

#### 9.1 常用定量分析方法

##### 9.1.1 内标法

在已知量的试样中加入能与所有组分完全分离的已知量的内标物质,用相应的校正因子校准被测组分的峰值并与内标物质的峰值进行比较,求出被测组分的体积分数的方法。

当选择内标法定量时,应满足下列要求:

- 内标物应是该试样中不存在的纯物质,可选择在测试色谱波长下有吸收的化合物做内标物;
- 它应完全溶于试样中,并与试样中各组分的色谱峰能完全分离;
- 加入内标物的量应接近于被测组分,进样量应在检测线性范围内;
- 色谱峰的位置应与被测组分的色谱峰的位置相近,或在几个被测组分色谱峰中间。

内标法测定组分的质量分数以  $w_i$  计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_i = \frac{m_s A_i f_{si}}{m A_s} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$m_s$ ——加入内标物质量的数值,单位为克(g);

$A_i$ ——试样中组分  $i$  峰面积的数值;

$f_{si}$ ——组分  $i$  与内标物相比的校正因子的数值;

$m$ ——试样质量的数值,单位为克(g);

$A_s$ ——内标物峰面积的数值。

内标法校正因子以  $f_{si}$  计,按式(2)计算:

$$f_{si} = \frac{m_i A_s}{m_s A_i} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$m_s$ ——加入内标物质量的数值,单位为克(g);

$A_i$ ——组分  $i$  标准样品峰面积的数值;

$m_i$ ——组分  $i$  标准样品质量的数值,单位为克(g);

$A_s$ ——内标物峰面积的数值。

##### 9.1.2 外标法

在相同的操作条件下,分别将等量的试样和含被测组分的标准试样进行色谱分析,比较试样与标准试样中被测组分的峰值,求出被测组分的体积分数的方法。

可用工作曲线法或外标单点法进行定量分析。

当选择外标单点法定量时,应满足下列要求:

- 标准样品的配制,其浓度应与被测组分质量分数接近;
- 进样量应在该被测组分的检测线性范围内,标准样品溶液与试样溶液在相同条件下多次进样,测得峰面积的平均值进行计算。

外标法测定组分的质量分数以  $w_i$  计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_e = \frac{A_i}{A_e} \times p \dots\dots\dots(3)$$

式中:

$p$ ——标准样品中组分  $i$  的质量分数, %;

$A_i$ ——试样中组分  $i$  峰面积的数值;

$A_e$ ——标准样品中组分  $i$  峰面积的数值。

色谱峰的纯度及分离状况检验参见附录 A。

9.2 定量结果的表示方法

定量分析的结果一般用质量分数或体积分数表示,应符合 GB 3100 和 GB/T 20001.4 规定,其常用的分数单位为: g/kg、g/L 等。

9.3 精密度

各组分分析结果的精密度由各分析方法中所规定的标准来确定。

如标准中无明确规定的精密度要求,可按以下方式计算标准的精密度和准确度:

9.3.1 精密度

同一试样测定不少于 12 次,取置信度 95%, 进行数据分析及取舍,精密度以相对标准偏差  $RSD$  计,数值以 % 表示,按式(4)计算:

$$RSD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (W_i - \bar{W})^2}{(n-1)}} \times \frac{1}{\bar{W}} \times 100 \quad (i = 1, 2, \dots, n) \dots\dots\dots(4)$$

式中:

$W_i$ ——第  $i$  次测量的质量数, %;

$\bar{W}$ —— $n$  次进样的质量分数算术平均值, %;

$n$ ——测定次数的数值;

$i$ ——进样序号的数值。

9.3.2 准确度

准确度以有效成分  $i$  回收率  $r$  计,数值以 % 表示,按式(5)计算:

$$r = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100 \dots\dots\dots(5)$$

式中:

$m_1$ ——试样中加入有效成分  $i$  后,检出  $i$  成分质量的数值,单位为克(g);

$m_0$ ——试样中检出  $i$  成分质量的数值,单位为克(g);

$m$ ——加入有效成分  $i$  质量的数值,单位为克(g)。

10 评定原则

10.1 有效成分品质规格,应与其备案登记时的品质规格相一致。

10.2 标准样品,应符合 GB/T 15000.8 有证标准样品(CRMs)规定;其证书和标签,应符合 GB/T 15000.4 规定。

10.3 检验标准,优先采用 CIPAC 方法和登记证备案认可的方法。

10.4 评定公差 将定量计算结果与农药的登记规定的含量或农药标签标示的含量相比较,应符合 FAO/WHO 规定允许公差范围,见附录 B;原药为不低于登记/标示规格。

附 录 A

(资料性附录)

色谱峰的纯度及分离状况检验

A.1 利用二极管阵列检测器的多信息功能及光谱信息,可以判定一个色谱峰的纯度及分离状况。

A.2 最常用的是利用“色谱峰不同部位(如:峰前沿、峰顶点、峰后沿三个位置)的光谱归一化”法,进行直观比较或计算机计算纯度因子。

附 录 B  
(规范性附录)  
农药制剂和母药(TK)的允许公差

表 B.1 农药制剂和母药(TK)的允许公差

标示含量(g/kg 或 g/L) 在(20±2)℃下	允许公差 Tolerance
≤25	±15%(标示含量的),对于“均匀的”制剂(如:EC,SC,SL 等)
25(不包括 25)~100	±25%(标示含量的),对于“不均匀的”制剂(如:GR,WG 等)
100(不包括 100)~250	±10%(标示含量的)
250(不包括 250)~500	±6%(标示含量的)
>500	±5%(标示含量的)
	±25 g/kg 或 g/L
注 1: 原药(TC)的有效成分含量检测,无允许公差,应:不低于……g/kg(标示含量)。	
注 2: EC(乳油)、SC(悬浮剂)、SL(水溶剂)、GR(颗粒剂)、WG(水分散性粒剂),均为原药和农药制剂的国际作物生命协会代码(CropLife International Codes for Technical & Formulated Pesticides)。	



中华人民共和国出入境检验检疫  
行 业 标 准  
液相色谱测定进口农药有效成分通则  
SN/T 2527—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](http://www.spc.net.cn)

电话:68523946 68517548

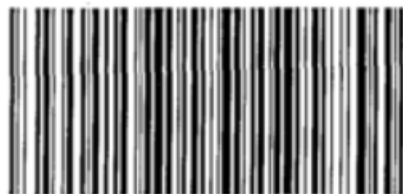
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 11 千字

2010年5月第一版 2010年5月第一次印刷

印数 1—1 600

书号: 155066 • 2-20859



SN/T 2527-2010