

中华人民共和国农业行业标准

NY/T XXXXX—XXXX

农药产品中有效成分含量测定  
通用分析方法 液相色谱法

General methods for determination of active ingredient content of pesticides  
—High performance liquid chromatography (HPLC)

(征求意见稿)

(本稿完成日期：2020.09)

— XX — XX 发布

XXXX — XX — XX 实施

中华人民共和国农业农村部

发布



## 目 次

前言 .....	XIII
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 术语和定义 .....	4
4 液相色谱方法原理 .....	4
5 通用要求 .....	4
5.1 安全提示 .....	4
5.2 试剂和溶液 .....	4
5.3 仪器 .....	4
5.4 色谱柱 .....	5
5.5 流动相 .....	5
5.6 溶液的制备 .....	5
5.7 测定 .....	5
5.8 有效成分质量分数的计算 .....	6
6 试验方法 .....	7
6.1 14-羟基芸苔素甾醇 (14-hydroxylated brassinosteroid) .....	7
6.2 2-(乙酰氧基)苯甲酸 (aspirin) .....	7
6.3 2,4-滴 (2,4-D) .....	8
6.4 2,4-滴二甲胺盐 (2,4-D dimethylamine salt) .....	8
6.5 2,4-滴钠盐 (2,4-D Na) .....	8
6.6 2,4-滴三乙醇胺盐 .....	8
6.7 22,23,24-表芸苔素内酯 (22,23,23-trisepibrassinolide) .....	8
6.8 24-表芸苔素内酯 (24-epibrassinolide) .....	8
6.9 28-表高芸苔素内酯 (28-epihomobrassinolide) .....	8
6.10 28-高芸苔素内酯 (28-homobrassinolide) .....	8
6.11 2甲4氯 (MCPA) .....	8
6.12 2甲4氯二甲胺盐 (MCPA-dimethylamine salt) .....	8
6.13 2甲4氯钠 (MCPA-sodium) .....	8
6.14 <i>R</i> -烯啶醇 (diniconazole-M) .....	9
6.15 <i>S</i> -诱抗素 ((+)-abscisic acid) .....	9
6.16 <i>zeta</i> -氯氰菊酯 (zeta-cypermethrin) .....	10
6.17 阿维菌素 (abamectin) .....	11
6.18 桉油精 (eucalyptol) .....	11
6.19 氨氟乐灵 (prodiamine) .....	12
6.20 氨磺乐灵 (oryzalin) .....	12

6.21	氨基寡糖素 (oligosaccharins)	13
6.22	氨基吡啶酸 (picloram)	13
6.23	氨基草酮 (amicarbazone)	14
6.24	胺苯磺隆 (ethametsulfuron)	14
6.25	百草枯 (paraquat)	15
6.26	百草枯二氯化物 (paraquat dichloride)	15
6.27	拌种灵 (amicarthiazol)	15
6.28	苯丙烯菌酮 (isobavachalcone)	15
6.29	苯并烯氟菌唑 (benzovindiflupyr)	16
6.30	苯丁锡 (fenbutatin oxide)	16
6.31	苯磺隆 (tribenuron-methyl)	17
6.32	苯菌灵 (benomyl)	17
6.33	苯菌酮 (metrafenone)	18
6.34	苯醚甲环唑 (difenoconazole)	18
6.35	苯醚菌酯	18
6.36	苯噻磺草胺 (saflufenacil)	19
6.37	苯噻草酮 (metamitron)	19
6.38	苯噻酰草胺 (mefenacet)	20
6.39	苯肽胺酸 (phthalanillic acid)	20
6.40	苯酰菌胺 (zoxamide)	20
6.41	苯线磷 (fenamiphos)	21
6.42	苯氧威 (fenoxycarb)	21
6.43	苯唑草酮 (topramezone)	22
6.44	苯唑氟草酮 (chlorfluazuron)	23
6.45	吡丙醚 (pyriproxyfen)	23
6.46	吡草醚 (pyraflufen-ethyl)	23
6.47	吡虫啉 (imidacloprid)	24
6.48	吡氟酰草胺 (diflufenican)	24
6.49	吡啶磺隆 (pyrazosulfuron-ethyl)	24
6.50	吡噻菌胺 (penthiopyrad)	24
6.51	吡蚜酮 (pymetrozine)	25
6.52	吡唑草胺 (metazachlor)	25
6.53	吡唑醚菌酯 (pyraclostrobin)	25
6.54	吡唑萘菌胺 (isopyrazam)	25
6.55	避蚊胺 (diethyltoluamide)	26
6.56	苄氨基嘌呤 (6-benzylamino-purine)	27
6.57	苄噻磺隆 (bensulfuron-methyl)	27
6.58	丙环唑 (propiconazol)	27
6.59	丙硫菌唑 (prothioconazole)	27
6.60	丙硫克百威 (benfuracarb)	28
6.61	丙硫唑 (albendazole)	29
6.62	丙噻磺隆 (propyrisulfuron)	29
6.63	丙炔噁草酮 (oxadiargyl)	30

6.64	丙炔氟草胺 (flumioxazin)	30
6.65	丙酯草醚 (pyribambenz-propyl)	31
6.66	残杀威 (propoxur)	31
6.67	草铵膦 (glufosinate-ammonium)	32
6.68	草除灵 (benazolin-ethyl)	32
6.69	草甘膦 (glyphosate)	32
6.70	草甘膦铵盐 (glyphosate ammonium)	32
6.71	草甘膦二甲胺盐 (glyphosate dimethylamine salt)	32
6.72	草甘膦钾盐 (glyphosate potassium salt)	32
6.73	草甘膦钠盐 (glyphosate-Na)	32
6.74	草甘膦异丙胺盐 (glyphosate-isopropylammonium)	32
6.75	赤霉酸 (gibberellic acid)	32
6.76	赤霉酸 A4+A7 (gibberellic acid A4,A7)	33
6.77	虫螨腈 (chlorfenapyr)	33
6.78	虫酰肼 (tebufenozide)	34
6.79	除草定 (bromacil)	34
6.80	除草醚 (nitrofen)	34
6.81	除虫脲 (diflubenzuron)	35
6.82	春雷霉素 (kasugamycin)	35
6.83	吡螨灵 (pyridaben)	35
6.84	大黄素甲醚 (physcion)	35
6.85	大蒜素 (allicin)	35
6.86	代森锰锌 (mancozeb)	36
6.87	单甲脒盐酸盐 (semiamitraz chloride)	37
6.88	单嘧磺隆 (monosulfuron)	38
6.89	单嘧磺酯 (monosulfuron-ester)	39
6.90	单氰胺 (cyanamide)	39
6.91	胆钙化醇 (cholecalciferol)	40
6.92	稻瘟酰胺 (fenoxanil)	40
6.93	敌百虫 (trichlorfon)	41
6.94	敌稗 (propanil)	41
6.95	敌草快 (diquat)	41
6.96	敌草隆 (diuron)	41
6.97	敌枯双	41
6.98	丁吡吗啉 (pyrimorph)	42
6.99	丁虫脒 (flufiprole)	42
6.100	丁氟螨酯 (cyflumetofen)	43
6.101	丁硫克百威 (carbosulfan)	43
6.102	丁醚脲 (diafenthiuron)	43
6.103	丁噻隆 (tebuthiuron)	44
6.104	丁酰肼 (daminozide)	44
6.105	丁香菌酯 (coumoxystrobin)	45
6.106	丁香香酚 (eugenol)	45

6.107	啉虫脒 (acetamiprid)	46
6.108	啉磺草胺 (pyroxsulam)	46
6.109	啉菌噁唑 (pyrisoxazole)	47
6.110	啉噻磺隆 (flazasulfuron)	47
6.111	啉酰菌胺 (boscalid)	48
6.112	啉氧菌酯 (picoxystrobin)	48
6.113	毒氟磷	48
6.114	毒死蜱 (chlorpyrifos)	49
6.115	对二氯苯 (p-dichlorobenzene)	49
6.116	对氯苯氧乙酸钠 (sodium 4-CPA)	49
6.117	多菌灵 (carbendazim)	50
6.118	多抗霉素 B (polyoxin B)	50
6.119	多杀霉素 (spinosad)	50
6.120	多效唑 (paclobutrazol)	51
6.121	莪术醇 (curcumol)	51
6.122	噁草酸 (propanoic acid)	51
6.123	噁虫酮 (metoxadiazone)	52
6.124	噁虫威 (bendiocarb)	52
6.125	噁霉灵 (hymexazol)	53
6.126	噁嗪草酮 (oxaziclomefone)	54
6.127	噁霜灵 (oxadixyl)	54
6.128	噁唑菌酮 (famoxadone)	55
6.129	噁唑酰草胺 (metamifop)	56
6.130	二甲戊灵 (pendimethalin)	57
6.131	二氯吡啶酸 (clopyralid)	57
6.132	二氯喹啉草酮 (quintrione)	57
6.133	二氯喹啉酸 (quinclorac)	57
6.134	二氢卟吩铁 (iron chlorine e6)	57
6.135	二氰蒽醌 (dithianon)	58
6.136	粉唑醇 (flutriafol)	59
6.137	砒吡草唑 (pyroxasulfone)	59
6.138	砒噻磺隆 (rimsulfuron)	60
6.139	呋草酮 (flurtamone)	60
6.140	呋虫胺 (dinotefuran)	60
6.141	呋喃虫酰肼 (furan tebufenozide)	60
6.142	呋喃磺草酮 (tefuryltrione)	61
6.143	氟胺磺隆 (triflusulfuron-methyl)	61
6.144	氟苯虫酰胺 (flubendiamide)	62
6.145	氟吡呋喃酮 (flupyradifurone)	63
6.146	氟吡磺隆 (flucetosulfuron)	63
6.147	氟吡菌胺 (fluopicolide)	64
6.148	氟吡菌酰胺 (fluopyram)	64
6.149	氟吡酰草胺 (picolinafen)	65

6.150	氟丙菊酯 (acrinathrin)	65
6.151	氟虫腴 (fipronil)	66
6.152	氟虫脲 (flufenoxuron)	66
6.153	氟啶胺 (fluazinam)	68
6.154	氟啶草酮 (thifluzamide)	68
6.155	氟啶虫胺腈 (sulfoxaflo)	68
6.156	氟啶虫酰胺 (flonicamid)	69
6.157	氟啶脲 (chlorfluazuron)	69
6.158	氟硅菊酯 (silaflofen)	70
6.159	氟硅唑 (flusilazole)	70
6.160	氟环唑 (epoxiconazole)	71
6.161	氟磺胺草醚 (fomesafen)	71
6.162	氟节胺 (flumetralin)	71
6.163	氟菌唑 (triflumizole)	71
6.164	氟铃脲 (hexaflumuron)	72
6.165	氟硫草定 (dithiopyr)	72
6.166	氟氯苯菊酯 (flumethrin)	73
6.167	氟氯吡啶酯 (halauxifen-methyl)	73
6.168	氟氯氰菊酯 (cyfluthrin)	74
6.169	氟吗啉 (flumorph)	74
6.170	氟醚菌酰胺 (fluopimomide)	74
6.171	氟啉菌酯 (fluoxastrobin)	75
6.172	氟噻草胺 (flufenacet)	75
6.173	氟噻唑吡乙酮 (oxathiapiprolin)	76
6.174	氟鼠灵 (flocoumafen)	76
6.175	氟酮磺草胺 (triafamone)	77
6.176	氟烯线砜 (fluensulfone)	77
6.177	氟酰胺 (flutolanil)	78
6.178	氟酰胺 (novaluron)	78
6.179	氟蚁腠 (hydramethylnon)	79
6.180	氟唑环菌胺 (sedaxane)	79
6.181	氟唑磺隆 (flucarbazone-Na)	80
6.182	氟唑菌苯胺 (sulfluramid)	80
6.183	氟唑菌酰胺 (fluxapyroxad)	81
6.184	氟唑菌酰胺 (pyribenzoxim)	81
6.185	福美双 (thiram)	82
6.186	腐霉利 (procymidone)	82
6.187	复硝酚钠 (sodium nitrophenolate)	82
6.188	高效反式氯氰菊酯 (theta-cypermethrin)	83
6.189	高效氟吡甲禾灵 (haloxyfop-P-methyl)	83
6.190	高效氟氯氰菊酯 (beta-cyfluthrin)	83
6.191	高效氯氟氰菊酯 (lambda-cyhalothrin)	83
6.192	高效氯氰菊酯 (beta-cypermethrin)	83

6.193	咯菌腈 (fludioxonil)	84
6.194	硅噻菌胺 (silthiopham)	84
6.195	琥胶肥酸铜 (copper(succinate+glutarate+adipate))	84
6.196	环吡氟草酮 (cypirafluone)	85
6.197	环丙唑醇 (cyproconazole)	85
6.198	环虫酰肼 (chromafenozide)	86
6.199	环氟菌胺 (cyflufenamid)	86
6.200	环嗪酮 (hexazinone)	87
6.201	环戊噁草酮 (pentoxazone)	87
6.202	环氧虫啉 (cycloxaprid)	87
6.203	环酯草醚 (pyriftalid)	88
6.204	磺草酮 (sulcotrione)	88
6.205	混灭威 (dimethacarb)	89
6.206	己唑醇 (hexaconazole)	90
6.207	甲氨基阿维菌素 (abamectin-aminomethyl)	90
6.208	甲氨基阿维菌素苯甲酸盐 (emamectin benzoate)	90
6.209	甲胺磷 (methamidophos)	90
6.210	甲磺草胺 (sulfentrazone)	91
6.211	甲磺隆 (metsulfuron-methyl)	91
6.212	甲基吡啶磷 (azamethiphos)	91
6.213	甲基磺隆钠盐 (iodosulfuron-methyl-sodium)	92
6.214	甲基二磺隆 (mesosulfuron-methyl)	92
6.215	甲基立枯磷 (tolclofos-methyl)	93
6.216	甲基硫环磷 (phosfolan-methyl)	93
6.217	甲基硫菌灵 (thiophanate-methyl)	94
6.218	甲咪唑烟酸 (imazapic)	94
6.219	甲噁磺隆 (sulfometuron-methyl)	94
6.220	甲萘威 (carbaryl)	95
6.221	甲噻诱胺 (methiadinil)	96
6.222	甲羧除草醚 (bifenox)	96
6.223	甲酰氨基嘧磺隆 (foramsulfuron)	97
6.224	甲氧虫酰肼 (methoxyfenozide)	98
6.225	甲氧咪草烟 (imazamox)	98
6.226	腈吡蚜酯 (cyenopyrafen)	99
6.227	腈菌唑 (myclobutanil)	99
6.228	精苯霜灵 (benalaxyl-M)	99
6.229	精吡氟禾草灵 (fluazifop-P-butyl)	100
6.230	精草铵膦 (glufosinate-p)	100
6.231	精噁唑禾草灵 (fenoxaprop-P-ethyl)	101
6.232	精高效氯氟氰菊酯 (gamma cyhalothrin)	101
6.233	精甲霜灵 (metalaxyl-M)	102
6.234	精喹禾灵 (quizalofop-P-ethyl)	103
6.235	精异丙甲草胺 (s-metolachlor)	103



6.236	井冈霉素 (jingangmycin)	103
6.237	井冈霉素 A (jingangmycin A)	103
6.238	久效磷 (monocrotophos)	103
6.239	抗倒酯 (trinexapac-ethyl)	104
6.240	克百威 (carbofuran)	104
6.241	苦参碱 (matrine)	104
6.242	苦皮藤素 (celastrus angulatus)	104
6.243	喹草酸 (quinmerac)	105
6.244	喹禾糠酯 (quizalofop-P-tefuryl)	106
6.245	喹啉铜 (oxine-copper)	106
6.246	喹螨醚 (fenazaquin)	107
6.247	狼毒素 (neochamaejasmin)	107
6.248	雷公藤甲素 (triptolide)	108
6.249	藜芦胺 (veratramine)	109
6.250	利谷隆 (linuron)	110
6.251	联苯胍酯 (bifenazate)	110
6.252	磷胺 (phosphamidon)	111
6.253	硫丹 (endosulfan)	111
6.254	硫磺 (sulfur)	111
6.255	硫双威 (thiodicarb)	111
6.256	硫酸血根碱 (sanguinarine Sulphate)	112
6.257	螺虫乙酯 (spirotetramat)	112
6.258	螺螨双酯 (spirobudiclofen)	113
6.259	螺螨酯 (spirodiclofen)	113
6.260	绿麦隆 (chlortoluron)	113
6.261	氯氨吡啶酸 (aminopyralid)	114
6.262	氯吡嘧磺隆 (halosulfuron-methyl)	114
6.263	氯吡脞 (forchlorfenuron)	115
6.264	氯丙嘧啶酸 (aminocyclopyrachlor)	115
6.265	氯虫苯甲酰胺 (chlorantraniliprole)	116
6.266	氯啶菌酯 (triclopyricarb)	116
6.267	氯氟吡啶酯 (florpyrauxifen-benzyl)	117
6.268	氯氟吡氧乙酸异辛酯 (fluroxypyr-meptyl)	117
6.269	氯氟醚菊酯 (mepherfluthrin)	117
6.270	氯氟醚菌唑 (theta-cypermethrin)	117
6.271	氯氟氰菊酯 (cyhalothrin)	118
6.272	氯化胆碱 (choline chloride)	118
6.273	氯磺隆 (chlorsulfuron)	119
6.274	氯菊酯 (permethrin)	119
6.275	氯嘧磺隆 (chlorimuron-ethyl technical)	119
6.276	氯氰菊酯 (cypermethrin)	119
6.277	氯噁啉 (imidaclothiz)	119
6.278	氯酯磺草胺 (cloransulam-methyl)	120

6.279	氯唑磷 (isazophos)	120
6.280	麦草畏 (dicamba)	121
6.281	咪鲜胺 (prochloraz)	121
6.282	咪鲜胺锰盐 (prochloraz-manganese chloride complex)	121
6.283	咪鲜胺铜盐 (prochloraz)	121
6.284	咪唑喹啉酸 (imazaquin)	121
6.285	咪唑烟酸 (imazapyr)	122
6.286	咪唑乙烟酸 (imazethapyr)	122
6.287	醚磺隆 (cinosulfuron)	122
6.288	醚菌酯 (kresoxim-methyl)	123
6.289	噻苯胺磺隆 (orthosulfamuron)	123
6.290	噻草醚 (pyriminobac-methyl)	123
6.291	噻啉肟草醚 (pyribenzoxim)	124
6.292	噻菌环胺 (cyprodinil)	124
6.293	噻菌酯 (azoxystrobin)	125
6.294	噻霉胺 (pyrimethanil)	125
6.295	棉隆 (dazomet)	125
6.296	灭草松 (bentazone)	125
6.297	灭多威 (methomyl)	125
6.298	灭菌丹 (folpet)	125
6.299	灭菌唑 (triticonazole)	126
6.300	灭蝇胺 (cyromazine)	126
6.301	灭幼脲 (chlorbenzuron)	127
6.302	萘乙酸 (1-naphthyl acetic acid)	127
6.303	吡虫啉	128
6.304	羟烯腺嘌呤 (oxyadenine)	128
6.305	噻吡噻磺隆 (metazosulfuron)	129
6.306	噻草酸甲酯 (fluthiacet-methyl)	130
6.307	氰草津 (cyanazine)	130
6.308	氰氟草酯 (cyhalofop-butyl)	131
6.309	氰氟虫腙 (metaflumizone)	131
6.310	氰霜唑 (cyazofamid)	132
6.311	氰烯菌酯 (phenamacril)	132
6.312	炔苯酰草胺 (propyzamide)	133
6.313	炔草酯 (clodinafop-propargyl)	133
6.314	炔螨特 (propargite)	133
6.315	壬菌铜 (cuppric nonyl phenolsulfonate)	133
6.316	乳氟禾草灵 (lactofen)	134
6.317	噻苯隆 (thidiazuron)	134
6.318	噻虫胺 (clothianidin)	134
6.319	噻虫啉 (thiacloprid)	135
6.320	噻虫嗪 (thiamethoxam)	135
6.321	噻吩磺隆 (thifensulfuron-methyl)	136

6.322	噻呋酰胺 (thifluzamide)	136
6.323	噻菌灵 (thiabendazole)	136
6.324	噻菌铜 (thiodiazole copper)	137
6.325	噻螨酮 (hexythiazox)	138
6.326	噻霉酮 (benzothiazolinone)	138
6.327	噻森铜 (thiosen copper)	139
6.328	噻酮磺隆 (thiencarbazone-methyl)	140
6.329	噻唑膦 (fosthiazate)	141
6.330	噻唑锌 (zinc thiozole)	141
6.331	三苯基乙酸锡 (fentin acetate)	141
6.332	三氟苯嘧啶 (triflumezopyrim)	142
6.333	三氟啶磺隆钠盐 (trifloxysulfuron sodium)	143
6.334	三氟甲吡醚 (pyridalyl)	143
6.335	三氟羧草醚 (acifluorfen)	144
6.336	三环唑 (tricyclazole)	144
6.337	三甲苯草酮 (tralkoxydim)	144
6.338	三氯吡氧乙酸三乙胺盐 (triclopyr-triethylammonium)	145
6.339	三氯吡氧乙酸丁氧基乙酯 (triclopyr-butotyl)	146
6.340	三氯杀螨醇 (dicofol)	146
6.341	三乙膦酸铝 (fosetyl-aluminium)	146
6.342	三唑酮 (triadimefon)	146
6.343	三唑锡 (azocyclotin)	146
6.344	杀虫单 (monosultap)	147
6.345	杀虫环 (thiocyclam-hydrogenoxalate)	147
6.346	杀虫双 (bisultap)	148
6.347	杀铃脲 (triflumuron)	148
6.348	杀螺胺 (niclosamide)	148
6.349	杀螺胺乙醇胺盐 (niclosamide ethanolamine)	149
6.350	杀螟丹 (cartap)	150
6.351	杀扑磷 (methidathion)	150
6.352	杀鼠灵 (warfarin)	150
6.353	杀鼠醚 (coumatetralyl)	150
6.354	莎稗磷 (anilofos)	152
6.355	蛇床子素 (cnidiadin)	152
6.356	申嗪霉素 (phenazino-1-carboxylic acid)	152
6.357	虱螨脲 (lufenuron)	153
6.358	十三烷苯酚酸	153
6.359	十五烯苯酚酸	153
6.360	双丙环虫酯 (afidopyropen)	154
6.361	双草醚 (bispyribac-sodium)	154
6.362	双氟磺草胺 (florasulam)	154
6.363	双胍三辛烷基苯磺酸盐 (iminocladine tris(albesilate))	154
6.364	双环磺草酮 (benzobicyclon)	155

6.365	双硫磷 (temephos)	156
6.366	双氯磺草胺 (diclosulam)	157
6.367	双炔酰菌胺 (mandipropamid)	157
6.368	双唑草腈 (pyraclonil)	158
6.369	双唑草酮 (bipyrzone)	158
6.370	霜霉威 (propamocarb)	159
6.371	霜霉威盐酸盐 (propamocarb hydrochloride)	159
6.372	霜脲氰 (cymoxanil)	159
6.373	水胺硫磷 (isocarbophos)	159
6.374	四氟醚唑 (tetraconazole)	159
6.375	四氯虫酰胺 (tetrachlorantraniliprole)	159
6.376	四螨嗪 (clofentezine)	160
6.377	松脂酸钠 (sodium pimaric acid)	161
6.378	松脂酸铜 (copper Abietate)	161
6.379	涕灭威 (aldicarb)	162
6.380	甜菜安 (desmedipham)	162
6.381	甜菜宁 (phenmedipham)	163
6.382	调环酸钙 (prohexadione calcium)	163
6.383	萎锈灵 (carboxin)	164
6.384	肟菌酯 (trifloxystrobin)	165
6.385	五氟磺草胺 (penoxsulam)	165
6.386	戊菌唑 (penconazole)	165
6.387	戊唑醇 (tebuconazole)	165
6.388	烯草酮 (clethodim)	165
6.389	烯啶虫胺 (nitenpyram)	165
6.390	烯禾啶 (sethoxydim)	165
6.391	烯肟菌胺 (fenaminstrobin)	166
6.392	烯肟菌酯 (enostroburin)	167
6.393	烯酰吗啉 (dimethomorph)	167
6.394	烯腺嘌呤 (enadenine)	168
6.395	烯效唑 (uniconazole)	169
6.396	烯唑醇 (diniconazole)	169
6.397	酰嘧磺隆 (amidosulfuron)	169
6.398	香芹酚 (carvacrol)	170
6.399	硝苯菌酯 (meptyldinocap)	171
6.400	硝虫硫磷 (xiaochongthion)	171
6.401	硝磺草酮 (mesotrione)	172
6.402	小檗碱 (berberine)	172
6.403	缬菌胺 (valifenalate)	172
6.404	缬霉威 (iprovalicarb)	173
6.405	辛硫磷 (phoxim)	173
6.406	辛酰碘苯腈 (ioxynil octanoate)	173
6.407	溴敌隆 (bromadiolone)	174

6.408	溴菌腈 (bromothalonil)	174
6.409	溴螨酯 (bromopropylate)	174
6.410	溴氰虫酰胺 (cyantraniliprole)	175
6.411	溴氰菊酯 (deltamethrin)	175
6.412	溴鼠灵 (brodifacoum)	175
6.413	溴硝醇 (bronopol)	175
6.414	亚胺唑 (imibenconazole)	176
6.415	烟碱 (nicotine)	176
6.416	烟嘧磺隆 (nicosulfuron)	177
6.417	盐酸吗啉胍 (moroxydine hydrochloride)	177
6.418	氧乐果 (omethoate)	178
6.419	野燕枯 (difenzoquat)	178
6.420	叶菌唑 (metconazole)	178
6.421	依维菌素 (ivermectin)	179
6.422	乙虫腈 (ethiprole)	179
6.423	乙基多杀菌素 (spinetoram)	180
6.424	乙螨唑 (etoxazole)	180
6.425	乙霉威 (diethofencarb)	181
6.426	乙蒜素 (ethylicin)	181
6.427	乙羧氟草醚 (fluoroglycofen-ethyl)	182
6.428	乙酰甲胺磷 (acephate)	182
6.429	乙氧呋草黄 (ethofumesate)	182
6.430	乙氧氟草醚 (oxyfluorfen)	183
6.431	乙氧磺隆 (ethoxysulfuron)	183
6.432	乙唑螨腈 (cyetpyrafen)	184
6.433	异丙隆 (isoproturon)	184
6.434	异丙酯草醚 (pyribambenz-isopropyl)	185
6.435	异噁草松 (clomazone)	185
6.436	异噁唑草酮 (isoxaflutole)	185
6.437	异菌脲 (iprodione)	186
6.438	异噻菌胺 (isotianil)	186
6.439	抑霉唑硫酸盐 (imazalil sulfate)	187
6.440	抑食肼	187
6.441	抑芽丹 (maleic hydrazide)	188
6.442	吲哚丁酸 (4-indol-3-ylbutyric acid)	188
6.443	吲哚乙酸 (indol-3-ylacetic acid)	189
6.444	印楝素 (azadirachtin)	189
6.445	茚虫威 (indoxacarb)	190
6.446	蝇毒磷 (coumaphos)	190
6.447	右旋胺菊酯 (d-tetramethrin)	190
6.448	右旋苯醚菊酯 (d-phenothrin)	191
6.449	鱼藤酮 (rotenone)	191
6.450	甾烯醇 ( $\beta$ -sitosterol)	191

6.451	樟脑(camphor)	192
6.452	种菌唑(ipconazole)	192
6.453	仲丁灵(butralin)	193
6.454	仲丁威(fenobucarb)	193
6.455	唑草酮(carfentrazone-ethyl)	193
6.456	唑虫酰胺(tolfenpyrad)	194
6.457	唑菌酯(pyraoxystrobin)	194
6.458	唑啉草酯(pinoxaden)	195
6.459	唑螨酯(fenpyroximate)	195
6.460	三唑磺草酮	196
6.461	唑啉磺草胺(flumetsulam)	196
6.462	唑啉菌胺(initium)	197
附录 A (规范性)	2,4-滴三乙醇胺盐中三乙醇胺离子质量分数离子色谱测定方法	199
附录 B (规范性)	琥胶肥酸铜中铜离子质量分数化学滴定测定方法	200
附录 C (规范性)	氯化胆碱中氯离子质量分数离子色谱测定方法	202
附录 D (规范性)	咪鲜胺锰盐中锰离子质量分数测定方法	203
附录 E (规范性)	壬菌铜中铜离子质量分数化学滴定测定方法	204
附录 F (规范性)	三氯吡氧乙酸三乙胺盐中三乙胺离子质量分数离子色谱测定方法	206
附录 G (规范性)	噻菌铜中铜离子质量分数分光光度测定方法	207
附录 H (规范性)	噻唑锌中锌离子质量分数分光光度测定方法	209
附录 I (规范性)	三唑锡中锡离子质量分数分光光度测定方法	211
附录 J (规范性)	杀虫环中草酸根离子质量分数离子色谱测定方法	213
附录 K (规范性)	杀螺胺乙醇胺盐中乙醇胺离子质量分数离子色谱测定方法	214
附录 L (规范性)	双胍三辛烷基苯磺酸盐中烷基苯磺酸质量分数液相色谱测定方法	215
附录 M (规范性)	调环酸钙中钙离子质量分数离子色谱测定方法	216
附录 N (规范性)	抑霉唑硫酸盐中硫酸根离子质量分数离子色谱测定方法	217
	参考文献	218

## 前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本文件规定了462种农药有效成分液相色谱测定方法,其中158种农药有效成分直接引用或参考国家标准和行业标准,39种农药有效成分使用重新起草法修改采用国际农药分析协作委员会(CIPAC)方法。

本文件由农业农村部农药管理司提出并归口。

本文件起草单位:

本文件主要起草人:





# 农药产品中有效成分含量测定通用分析方法 液相色谱法

## 1 范围

本文件规定了14-羟基芸苔素甾醇等461种农药有效成分液相色谱测定方法。  
本文件适用于农药中14-羟基芸苔素甾醇等461种有效成分含量的测定。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

- GB/T 334 敌百虫原药
- GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 8200 杀虫双可溶液剂
- GB/T 9556 辛硫磷原药
- GB/T 10501 多菌灵原药
- GB/T 12685 三环唑原药
- GB/T 12686 草甘膦原药
- GB/T 15955 赤霉酸原药
- GB 19307 百草枯母药
- GB/T 19336 阿维菌素原药
- GB/T 19604 毒死蜱原药
- GB 22609 丁硫克百威原药
- GB 20678 溴敌隆原药
- GB 20682 杀扑磷原药
- GB/T 20683 苯磺隆原药
- GB 20685 硫丹原药
- GB/T 20686 草甘膦可溶粉（粒）剂
- GB 20690 溴鼠灵原药
- GB/T 20693 甲氨基阿维菌素苯甲酸盐原药
- GB/T 20695 高效氯氟氰菊酯原药
- GB/T 20697 13 %2甲4氯钠水剂
- GB/T 22177 二甲戊灵原药
- GB/T 22167 氟磺胺草醚原药
- GB/T 22168 吡嘧磺隆原药
- GB/T 22172 多效唑原药
- GB/T 22175 烯唑醇原药

GB/T 22602 戊唑醇原药  
GB 22609 丁硫克百威原药  
GB/T 22612 杀螟丹原药  
GB/T 22614 烯草酮原药  
GB/T 22616 精噁唑禾草灵原药  
GB/T 22621 霜霉威原药  
GB/T 22622 霜霉威盐酸盐水剂  
GB/T 22623 咪鲜胺原药  
GB/T 23758 噻吩磺隆原药  
GB 24753 水胺硫磷原药  
GB/T 24749 丙环唑原药  
GB/T 24751 异噁草松原药  
GB 24752 灭多威原药  
GB/T 24755 甲基硫菌灵原药  
GB/T 24757 苄嘧磺隆原药  
GB/T 28126 吡虫啉原药  
GB/T 28127 氯磺隆原药  
GB/T 28128 杀虫单原药  
GB/T 28129 乙羧氟草醚原药  
GB/T 28130 哒螨灵原药  
GB/T 28131 溴氰菊酯原药  
GB/T 28134 绿麦隆原药  
GB/T 29383 烟嘧磺隆原药  
GB/T 29382 硝磺草酮原药  
GB 29384 乙酰甲胺磷原药  
GB/T 29385 嘧霉胺原药  
GB/T 31746 涕灭威有效成分含量的测定方法液相色谱法  
GB/T 31750 莎稗磷乳油有效成分含量的测定方法液相色谱法  
GB/T 32341 嘧菌酯原药  
GB/T 33808 草铵膦原药  
GB/T 33809 噻虫嗪原药  
GB/T 34155 井冈霉素原药  
GB/T 34156 吡蚜酮原药  
GB/T 34157 高效氟吡甲禾灵原药  
GB/T 34758 春雷霉素原药  
GB/T 34760 精吡氟禾草原药  
GB/T 35668 2甲4氯原药  
GB/T 35672 氯氟吡氧乙酸异辛酯原药  
HG/T 2848 二氯喹啉酸原药  
HG/T 3293 三唑酮原药  
HG 3306 氧乐果原药  
HG/T 3619 仲丁威原药  
HG 3621 克百威原药

HG/T 3624 2,4-滴原药  
HG/T 3627 氯氰菊酯原药  
HG/T 3629 高效氯氰菊酯原药  
HG/T 3699 三氯杀螨醇原药  
HG/T 3717 氯嘧磺隆原药  
HG/T 3719 苯噻酰草胺原药  
HG/T 3755 啶虫脒原药  
HG/T 3757 福美双原药  
HG/T 3764 腈菌唑原药  
HG/T 3765 炔螨特原药  
HG/T 4460 苯醚甲环唑原药  
HG/T 4464 虫酰肼原药  
HG/T 4468 草除灵原药  
HG/T 4575 氯氟醚菊酯原药  
HG/T 4810 咪唑乙烟酸原药  
HG/T 4813 氰氟草酯原药  
HG/T 4922 芸苔素乳油  
HG/T 4925 右旋胺菊酯原药  
HG/T 4926 氨基寡糖素原药  
HG/T 4927 氟氯氰菊酯原药  
HG/T 4928 高效氟氯氰菊酯原药  
HG/T 4929 麦草畏原药  
HG/T 4933 茚虫威原药  
HG/T 4939 2,4-滴二甲胺盐水剂  
HG/T 4940 双草醚原药  
HG/T 4943 灭草松原药  
HG/T 5121 敌草隆原药  
HG/T 5124 乙氧氟草醚原药  
HG/T 5126 异菌脲原药  
HG/T 5130 二氯吡啶酸原药  
HG/T 5134 霜脲氰原药  
HG/T 5232 醚菌酯原药  
HG/T 5235 吡唑醚菌酯原药  
HG/T 5237 噻苯隆原药  
HG/T 5239 吡丙醚原药  
HG/T 5242 双氟磺草胺原药  
HG/T 5244 氯菊酯原药  
HG/T 5245 敌草快母药  
HG/T 5421 噻唑膦原药  
HG/T 5423 环嗪酮原药  
HG/T 5425 精异丙甲草胺原药  
HG/T 5427 啶酰菌胺原药  
HG/T 5429 氟环唑原药

HG/T 5431	螺螨酯原药
HG/T 5433	炔草酯原药
HG/T 5435	虱螨脲原药
HG/T 5438	烯啶虫胺原药
HG/T 5446	苦参碱可溶液剂
NY/T 3572	右旋苯醚菊酯原药
NY/T 3573	棉隆原药
NY/T 3574	肟菌酯原药
NY/T 3578	除虫脲原药
NY/T 3580	砒啶磺隆原药
NY/T 3582	呋虫胺原药
NY/T 3585	氟啶胺原药
NY/T 3587	咯菌腈原药
NY/T 3591	五氟磺草胺原药
NY/T 3594	精喹禾灵原药
NY/T 3596	硫磺悬浮剂
NY/T 3597	三乙膦酸铝原药

### 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

### 4 液相色谱方法原理

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。

### 5 通用要求

#### 5.1 安全提示

使用本文件的人员应有实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规的规定。

#### 5.2 试剂和溶液

本文件所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和超纯水或新蒸二次蒸馏水。

#### 5.3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

离子色谱仪：具有电导检测器和抑制器。

色谱数据处理机或色谱工作站。

过滤器：滤膜孔径约0.45 μm。  
超声波清洗器。

#### 5.4 色谱柱

反相色谱柱：以键和非极性基团的载体为填料填充而成的色谱柱。常见的载体有硅胶、聚合物复合硅胶和聚合物等；常用的填料十八烷基硅烷键合硅胶、辛基硅烷键合硅胶和苯基键合硅胶等。

正相色谱柱：用硅胶填料，或键合极性基团的硅胶填充而成的色谱柱。常见的填料有硅胶、氨基键合硅胶和氰基键合硅胶等。氨基键合硅胶和氰基键合硅胶也可用作反相色谱。

离子交换色谱柱：用离子交换填料填充而成的色谱柱。有阳离子交换色谱柱和阴离子交换色谱柱。

手性分离色谱柱：用手性填料填充而成的色谱柱。

色谱柱的内径和长度，填料的形状、粒径与粒径分布、孔径、表面积、键合基团的表面覆盖度、载体表面基团残留量，填充的致密与均匀程度等均影响色谱柱的性能，应根据被分离物质的性质来选择合适的色谱柱。

温度会影响分离效果，有效成分试验方法中未指明色谱柱温度时系指室温，应注意室温变化的影响。为改善分离效果可适当提高色谱柱的温度，但一般不宜超过60℃。

残余硅羟基未封闭的硅胶色谱柱，流动相的pH值一般应在2~8之间。残余硅羟基已封闭的硅胶、聚合物复合硅胶或聚合物色谱柱可耐受更广泛pH值的流动相，适合于pH值小于2或大于8的流动相。

#### 5.5 流动相

反相色谱系统的流动相常用甲醇—水系统和乙腈—水系统，用紫外末端波长检测时，宜选用乙腈—水系统，流动相中应尽可能不用缓冲盐，如需用时，应尽可能使用低浓度缓冲盐。用十八烷基硅烷键合硅胶色谱柱时，流动相中有机溶剂一般不低于5%，否则导致柱效下降、色谱系统不稳定。

正相色谱系统的流动相常用两种或两种以上的有机溶剂，如二氯甲烷和正己烷等。

#### 5.6 溶液的制备

对于采用外标法测定农药产品中有效成分含量的一般农药品种，本文件中未逐一详细描述溶液制备过程。一般制备过程为：分别称取适量标样和试样，置于容量瓶中，用适宜溶剂、溶液或流动相溶解后稀释至刻度，或视溶解情况进行超声处理后稀释至刻度。必要时，按一定倍数进行稀释。

对于溶液制备过程比较特殊的个别农药品种，则在方法中详细描述溶液制备过程。

注1：称样量≥0.05 g应精确至0.000 1g，称样量<0.05 g应精确至0.000 01g。

注2：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3：使用正相高效液相色谱法对水基试样进行分离和测定时，应采用适当方法除去试样中的水分，如溶剂萃取或添加干燥剂等。

注4：部分剂型需采用特殊的前处理方法，如水分散粒剂、悬浮剂，通常需要先添加少量水使试样分散后再溶解定容，颗粒剂、片状制剂、饵剂等不均匀固体制剂通常需要研磨后再取样。

#### 5.7 测定

##### 5.7.1 流动相和样品溶液的过滤

本文件所有流动相，均应经0.45 μm滤膜过滤，并进行脱气。

本文件所有试样溶液，在进样前均应经0.45 μm滤膜过滤。

##### 5.7.2 色谱条件的优化

本文件中测定农药产品中有效成分含量的操作参数是典型的，除色谱柱填料种类、流动相组分、检测器类型不得改变外，其余如色谱柱内径与长度、填料粒径、流动相流速、流动相组分比例、柱温、进样量、检测器灵敏度等，均可根据不同仪器、不同剂型产品特点作适当调整，以期获得最佳效果。

### 5.7.3 色谱系统的平衡与进样

在规定的操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针目标物峰面积（或目标物与内标物峰面积比）相对变化小于1.2%时，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。

## 5.8 有效成分质量分数的计算

### 5.8.1 说明

本文件采用外标法测定农药产品中有效成分含量的，计算见5.8.2；采用内标法测定农药产品中有效成分含量的，计算见5.8.3。

当有效成分存在对映异构体时，采用手性高效液相色谱外标法直接测定有效成分含量的，计算同5.8.2；也可先采用外标法测定混合体含量（计算同5.8.2），再通过手性分离测定异构体比例（计算参考5.8.4），最后用混合体含量乘以异构体比例，计算得到有效成分含量。

当有效成分以某种盐或配合物形式存在时，一般采用离子色谱外标法测定配对反离子或金属离子含量，计算同5.8.2；个别农药品种采用化学法或分光光度法，计算会在方法中进行说明。

### 5.8.2 外标法

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中目标物峰面积分别进行平均。试样中目标物的质量分数按式（1）计算：

$$\omega_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times \omega}{A_1 \times m_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$\omega_1$ ——试样中目标物的质量分数，以%表示；

$A_2$ ——试样溶液中目标物峰面积的平均值；

$m_1$ ——标样的质量，单位为克（g）；

$\omega$ ——标样中目标物的质量分数，以%表示；

$A_1$ ——标样溶液中目标物峰面积的平均值；

$m_2$ ——试样的质量值，单位为克（g）。

注1：如目标物存在异构体，质量分数计算公式应乘以相应异构体比例系数；异构体比例计算参考 5.8.4。

注2：如标样、样品溶液制备时存在稀释的情况，质量分数计算公式应考虑稀释倍数。

注3：如标样和试样中目标物存在形式不同时，质量分数计算公式应考虑分子量换算系数。

### 5.8.3 内标法

将测得两针试样溶液以及试样前后标样溶液中目标物与内标物峰面积比分别进行平均。试样中目标物的质量分数按式（2）计算：

$$\omega_2 = \frac{r_2 \times m_1 \times \omega}{r_1 \times m_2} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$\omega_2$ ——试样中目标物的质量分数，以%表示；

$r_2$ ——试样溶液中，目标物的峰面积与内标物峰面积比的平均值；

$m_1$ ——标样的质量，单位为克（g）；

$\omega$ ——标样中目标物的质量分数，以%表示；

$r_1$ ——标样溶液中，目标物的峰面积与内标物峰面积比的平均值；

$m_2$ ——试样的质量，单位为克（g）。

#### 5.8.4 异构体比例

试样中目标物的比例按式（3）计算：

$$K = \frac{A_S}{A_R + A_S} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

$K$ ——试样中目标物的比例；

$A_S$ ——试样溶液中目标物峰面积的平均值；

$A_R$ ——试样溶液中目标物异构体峰面积的平均值。

注：若目标物具有多个手性中心，计算异构体比例时应加和目标物峰面积和所有异构体峰面积。

## 6 试验方法

### 6.1 14-羟基芸苔素甾醇（14-hydroxylated brassinosteroid）

按HG/T 4922进行。

### 6.2 2-（乙酰氧基）苯甲酸（aspirin）

#### 6.2.1 方法提要

试样用稀释溶剂溶解，以甲醇+冰乙酸溶液为流动相，使用以Innoval C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长276 nm下对试样中的2-（乙酰氧基）苯甲酸进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.2.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

冰乙酸。

冰乙酸溶液： $\Psi$ （冰乙酸：水）=1：1000。

稀释溶剂： $\Psi$ （冰乙酸：甲醇）=1：100。

2-（乙酰氧基）苯甲酸标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.2.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：冰乙酸溶液）=45：55。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装Innoval C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于 2℃）。

检测波长：276 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：800 mg/L，线性范围：201 mg/L~2016 mg/L。

保留时间：2-（乙酰氧基）苯甲酸约6.6 min。

### 6.3 2,4-滴（2,4-D）

按HG/T 3624进行。

### 6.4 2,4-滴二甲胺盐（2,4-D dimethylamine salt）

按HG/T 4939进行。

注：2,4-滴二甲胺盐中二甲胺离子质量分数测定参考GB/T 20686进行。

### 6.5 2,4-滴钠盐（2,4-D Na）

2,4-滴钠盐中2,4-滴质量分数测定参考HG/T 3624进行。

注：2,4-滴钠盐中钠离子质量分数测定参考GB/T 20686进行。

### 6.6 2,4-滴三乙醇胺盐

2,4-滴三乙醇胺盐中2,4-滴质量分数测定参考HG/T 3624进行。

注：2,4-滴三乙醇胺盐中三乙醇胺离子质量分数测定按附录A进行。

### 6.7 22,23,24-表芸苔素内酯（22,23,23-trisepipibrassinolide）

按HG/T 4922进行。

### 6.8 24-表芸苔素内酯（24-epibrassinolide）

按HG/T 4922进行。

### 6.9 28-表高芸苔素内酯（28-epihomobrassinolide）

按HG/T 4922进行。

### 6.10 28-高芸苔素内酯（28-homobrassinolide）

按HG/T 4922进行。

### 6.11 2甲4氯（MCPA）

按GB/T 35668进行。

### 6.12 2甲4氯二甲胺盐（MCPA-dimethylamine salt）

2甲4氯二甲胺盐中2甲4氯质量分数测定参考GB/T 35668进行。

注：2甲4氯二甲胺盐中二甲胺离子质量分数测定参考GB/T 20686进行。

### 6.13 2甲4氯钠（MCPA-sodium）

按GB/T 20697进行。

注：2甲4氯钠中钠离子质量分数测定参考GB/T 20686进行。



## 6.14 *R*-烯唑醇 (diniconazole-M)

### 6.14.1 方法提要

试样用异丙醇溶解，以正己烷+异丙醇为流动相，使用以Chiral INB为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长253 nm下对试样中的*R*-烯唑醇进行正相高效液相色谱手性分离，外标法定量。

### 6.14.2 试剂和溶液

正己烷：色谱纯。

异丙醇：色谱纯。

*R*-烯唑醇标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.14.3 操作条件

流动相： $\psi$ （正己烷：异丙醇）=97：3。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装Chiral INB、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于2  $^{\circ}\text{C}$ ）。

检测波长：253 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：1000 mg/L，线性范围：102 mg/L~2009 mg/L。

保留时间：*R*-烯唑醇约17.3 min，*S*-烯唑醇约19.3 min。

## 6.15 *S*-诱抗素 ((+)-abscisic acid)

### 6.15.1 诱抗素质量分数的测定

#### 6.15.1.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+甲酸溶液为流动相，使用以TC-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长254 nm下对试样中的诱抗素进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.15.1.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

甲酸。

甲酸溶液： $\psi$ （甲酸：水）=1：1000。

诱抗素标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.15.1.3 操作条件

流动相： $\psi$ （甲醇：甲酸溶液）=55：45。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装TC-C<sub>18</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于2  $^{\circ}\text{C}$ ）。

检测波长：254 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：50 mg/L，线性范围：10 mg/L~98 mg/L。

保留时间：诱抗素约7.4 min。

### 6.15.2 S-诱抗素比例的测定

#### 6.15.2.1 方法提要

试样用异丙醇溶解，以正己烷+三氟乙酸异丙醇溶液为流动相，使用以CHIRALPAK IC为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长254 nm下对试样中的S-诱抗素进行正相高效液相色谱手性分离和测定。

#### 6.15.2.2 试剂和溶液

正己烷：色谱纯。

异丙醇：色谱纯。

三氟乙酸。

三氟乙酸异丙醇溶液： $\Psi$ （三氟乙酸：异丙醇）=5：1000。

诱抗素消旋体标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.15.2.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （正己烷：三氟乙酸异丙醇溶液）=80：20。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装CHIRALPAK IC、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于2  $^{\circ}\text{C}$ ）。

检测波长：254 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

保留时间：R-诱抗素约5.2 min，S-诱抗素约6.2 min。

### 6.16 zeta-氯氰菊酯 (zeta-cypermethrin)

#### 6.16.1 氯氰菊酯质量分数的测定

##### 6.16.1.1 方法提要

试样用正己烷溶解，以正己烷+乙酸乙酯为流动相，使用以ZORBAX RX-SIL为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长278 nm下对试样中的氯氰菊酯进行正相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.16.1.2 试剂和溶液

正己烷：色谱纯。

乙酸乙酯：色谱纯。

氯氰菊酯标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.16.1.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （正己烷：乙酸乙酯）=99：1。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX RX-SIL、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：2.0 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于2  $^{\circ}\text{C}$ ）。

检测波长：278 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：1000 mg/L，线性范围：71 mg/L~2187 mg/L。

保留时间：氯氰菊酯约8.6、9.8、11.7、13.3 min。

## 6.16.2 *zeta*-氯氰菊酯比例的测定

### 6.16.2.1 方法提要

试样用正己烷溶解，以正己烷+异丙醇为流动相，使用以Chiral COD为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长278 nm下对试样中的*zeta*-氯氰菊酯进行正相高效液相色谱手性分离和测定。

### 6.16.2.2 试剂和溶液

正己烷：色谱纯。

异丙醇：色谱纯。

*zeta*-氯氰菊酯标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.16.2.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （正己烷：异丙醇）=99.5：0.5。

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装Chiral COD、3  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：0.6 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于2℃）。

检测波长：278 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

保留时间：*zeta*-氯氰菊酯约18.0、21.4、22.8、29.8 min，*R*-对映体约16.3、34.9 min。

## 6.17 阿维菌素 (abamectin)

按 GB/T 19336 进行。

## 6.18 桉油精 (eucalyptol)

### 6.18.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相，使用以HC-C<sub>8</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长195 nm下，对试样中的桉油精进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注：制备桉油精挥发芯试样溶液时，因该产品具有强烈的挥发性，应采用减量法称量样品，制备过程见6.18.4。

### 6.18.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

桉油精标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.18.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：水）=36：64。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装HC-C<sub>8</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于2℃）。

检测波长：195 nm。

进样体积：10  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：800 mg/L，线性范围：248 mg/L~1319 mg/L。

保留时间：桉油精约23.8 min。

#### 6.18.4 试样溶液的制备

称取一片包装完好的桉油精挥散芯试样 $m_1$ （精确至0.000 01 g），然后打开包装迅速取出挥散芯置于100 mL具塞锥形瓶中，加入15 mL乙腈，盖紧瓶塞。超声波振荡3 min，冷却至室温，将提取液转入50 mL容量瓶中。重复超声提取三次，合并提取液。用5 mL乙腈洗涤挥散芯，洗涤液转移至容量瓶中，用乙腈稀释至刻度，摇匀，过滤。

称量挥散芯包装袋质量 $m_0$ （精确至0.000 01 g），用差量法计算挥散芯质量 $m$ （ $m=m_1-m_0$ ）。

#### 6.19 氨氟乐灵（prodiamine）

##### 6.19.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相，使用以Durashell C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长280 nm下对试样中的氨氟乐灵进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.19.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

氨氟乐灵标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.19.3 操作条件

流动相： $\psi$ （乙腈：水）=80：20。

色谱柱：250 mm $\times$ 4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装Durashell C<sub>18</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于2  $^{\circ}\text{C}$ ）。

检测波长：280 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：221 mg/L~1255 mg/L。

保留时间：氨氟乐灵约9.3 min。

#### 6.20 氨磺乐灵（oryzalin）

##### 6.20.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相，使用以BP-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长280 nm下对试样中的氨磺乐灵进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.20.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

氨磺乐灵标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.20.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：水）=70：30。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装BP-C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于2℃）。

检测波长：280 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：400 mg/L，线性范围：40 mg/L~1605 mg/L。

保留时间：氨基寡糖素约6.3 min。

## 6.21 氨基寡糖素（oligosaccharins）

按HG/T 4926进行。

## 6.22 氨基吡啶酸（picloram）

### 6.22.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水+冰乙酸为流动相，苯甲酰胺为内标物，使用以YMC ODS-AQ为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长240 nm下对试样中的氨基吡啶酸进行反相高效液相色谱分离，内标法定量。

注：本方法参考CIPAC 174/TC/(M)。

### 6.22.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

冰乙酸。

内标物：苯甲酰胺，应没有干扰分析的杂质。

内标溶液：称取0.6 g（精确至0.01 g）苯甲酰胺，用600 mL水和400 mL乙腈溶解，混合均匀。

氨基吡啶酸标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.22.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：水：冰乙酸）=15：83：2。

色谱柱：150 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装YMC ODS-AQ、5 μm填充物。

流速：1.5 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于2℃）。

检测波长：240 nm。

进样体积：10 μL。

有效成分推荐浓度：500 mg/L。

保留时间：氨基吡啶酸约6.0 min，苯甲酰胺约3.5 min。

### 6.22.4 溶液的制备

#### 6.22.4.1 标样溶液的制备

称取0.05 g（精确至0.000 1 g）氨基吡啶酸标样，置于150 mL锥形瓶中，用移液管移入100 mL内标溶液，超声波振荡5 min，冷却至室温，摇匀。

#### 6.22.4.2 试标溶液的制备

称取含0.05 g（精确至0.000 1 g）氨基吡啶酸的试样，置于150 mL锥形瓶中，用与6.22.4.1同一支移液管移入100 mL内标溶液，超声波振荡5 min，冷却至室温，摇匀，过滤。

#### 6.23 氨基草酮（amicarbazone）

##### 6.23.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相，使用以BP-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长230 nm下对试样中的氨基草酮进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.23.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

氨基草酮标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.23.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：水）=45：55。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装BP-C<sub>18</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于2  $^{\circ}\text{C}$ ）。

检测波长：230 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：47 mg/L~1909 mg/L。

保留时间：氨基草酮约5.9 min。

#### 6.24 胺苯磺隆（ethametsulfuron）

##### 6.24.1 方法提要

试样用稀释溶剂溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以BP-C<sub>18</sub>为填料不锈钢柱和紫外检测器，在波长220 nm下对试样中的胺苯磺隆进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.24.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

乙腈：色谱纯。

水。

氨水。

磷酸。

稀释溶剂： $\Psi$ （甲醇：水：氨水）=300：300：1。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。

胺苯磺隆标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.24.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=60：40。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装BP-C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C±2 °C。

检测波长：220 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：100 mg/L，线性范围：20 mg/L~418 mg/L。

保留时间：胺苯磺隆约5.0 min。

#### 6.25 百草枯 (paraquat)

按GB 19307进行。

#### 6.26 百草枯二氯化物 (paraquat dichloride)

百草枯二氯化物中百草枯质量分数测定按GB 19307进行。

注：百草枯二氯化物中氯离子质量分数测定参考附录C进行。

#### 6.27 拌种灵 (amicarbazol)

##### 6.27.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+氨水溶液为流动相，使用以BP-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长310 nm下对试样中的拌种灵进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.27.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

氨水。

氨水溶液： $\Psi$  (氨水 : 水) = 1 : 1000。

拌种灵标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.27.3 操作条件

流动相： $\Psi$  (甲醇 : 氨水溶液) = 55 : 45。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装BP-C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：室温 (温度变化应不大于 2 °C)。

检测波长：310 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：250 mg/L，线性范围：25 mg/L~1027 mg/L。

保留时间：拌种灵约6.5 min。

#### 6.28 苯丙烯菌酮 (isobavachalcone)

##### 6.28.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以BP-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长370 nm下对试样中的苯丙烯菌酮进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

## 6.28.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

苯丙烯菌酮标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

## 6.28.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：水）=80：20。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装BP-C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于2℃）。

检测波长：370 nm。

进样体积：10 μL。

有效成分推荐浓度：200 mg/L，线性范围：16 mg/L~673 mg/L。

保留时间：苯丙烯菌酮约8.4 min。

## 6.29 苯并烯氟菌唑 (benzovindiflupyr)

### 6.29.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以BP-C<sub>18</sub>为填料不锈钢柱和紫外检测器，在波长255 nm下对试样中的苯并烯氟菌唑进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.29.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。

苯并烯氟菌唑标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.29.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=80：20。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装BP-C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于2℃）。

检测波长：255 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：53 mg/L~2122 mg/L。

保留时间：苯并烯氟菌唑约5.2 min。

## 6.30 苯丁锡 (fenbutatin oxide)

### 6.30.1 方法提要

试样用适量三氯甲烷溶解、乙腈稀释，以乙腈+氯化钠溶液为流动相，使用以BP-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长220 nm下对试样中的苯丁锡进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。



注1：制备苯丁锡溶液时，应先加入定容体积十分之一左右的三氯甲烷溶解。

注2：苯丁锡中锡离子质量分数测定参考附录 I 进行。

### 6.30.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

三氯甲烷：色谱纯。

水。

浓盐酸。

氯化钠。

氯化钠溶液：称取5 g（精确至0.01 g）氯化钠，溶于1000 mL水中，再加入100  $\mu$ L浓盐酸，混合均匀。

苯丁锡标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.30.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：氯化钠溶液）=95：5。

色谱柱：250 mm $\times$ 4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装BP-C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}$ C $\pm$ 2  $^{\circ}$ C。

检测波长：220 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：800 mg/L，线性范围：79 mg/L $\sim$ 3183 mg/L。

保留时间：苯丁锡约13.2 min。

### 6.31 苯磺隆（tribenuron-methyl）

按GB/T 20683进行。

### 6.32 苯菌灵（benomyl）

#### 6.32.1 方法提要

试样用稀释溶剂溶解，以乙腈+冰乙酸溶液为流动相，使用以C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长290 nm（或280 nm）下对试样中的苯菌灵进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注：本方法参考CIPAC 206/TC/(M)。

#### 6.32.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

异氰酸正丁酯。

水。

冰乙酸。

冰乙酸溶液： $\Psi$ （冰乙酸：水）=20：1000。

稀释溶剂： $\Psi$ （异氰酸正丁酯：乙腈）=3：100。

苯菌灵标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.32.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：冰乙酸溶液）=80：20。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装C<sub>18</sub>、10 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于2℃）。

检测波长：290 nm（或280 nm）。

进样体积：10 μL。

有效成分推荐浓度：500 mg/L。

保留时间：苯菌灵约4.0 min~6.0 min。

### 6.33 苯菌酮（metrafenone）

#### 6.33.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以ZORBAX Eclipse Plus C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长285 nm下对试样中的苯菌酮进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.33.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

苯菌酮标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.33.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：水）=75：25。

色谱柱：150 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX Eclipse Plus C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30℃±2℃。

检测波长：285 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：123 mg/L~1974 mg/L。

保留时间：苯菌酮约7.1 min。

### 6.34 苯醚甲环唑（difenoconazole）

按HG/T 4460进行。

### 6.35 苯醚菌酯

#### 6.35.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以ZORBAX Eclipse XDB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长220 nm下对试样中的苯醚菌酯进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.35.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

苯醚菌酯标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.35.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：水）=75：25。

色谱柱：150 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX Eclipse XDB-C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C±2 °C。

检测波长：220 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：200 mg/L，线性范围：52 mg/L~843 mg/L。

保留时间：苯醚菌酯约8.1 min。

### 6.36 苯嘧磺草胺（saflufenacil）

#### 6.36.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+磷酸溶液为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长270 nm下对试样中的苯嘧磺草胺进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.36.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。

苯嘧磺草胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.36.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：磷酸溶液）=70：30。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装 ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5 μm 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C±2 °C。

检测波长：270 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：250 mg/L，线性范围：62 mg/L~1002 mg/L。

保留时间：苯嘧磺草胺约5.7 min。

### 6.37 苯噁草酮（metamitron）

#### 6.37.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+磷酸二氢钠溶液为流动相，使用以LiChrosorb RP-8为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长254 nm下对试样中的苯噁草酮进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注：本方法参考CIPAC 381/TC/(M)。

#### 6.37.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

磷酸二氢钠。

磷酸二氢钠溶液： $\rho(\text{NaH}_2\text{PO}_4) = 2 \text{ g/L}$ 。

苯嗪草酮标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.37.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：磷酸二氢钠溶液）=30：70。

色谱柱：250 mm×4 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装LiChrosorb RP-8、7  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：2.5 mL/min。

柱温：50  $^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：254 nm。

进样体积：20  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：2000 mg/L。

保留时间：苯嗪草酮约3.0 min。

### 6.38 苯噻酰草胺 (mefenacet)

按HG/T 3719进行。

### 6.39 苯胺酸 (phthalanillic acid)

#### 6.39.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+磷酸溶液为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长254 nm下对试样中的苯胺酸进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.39.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。

苯胺酸标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.39.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：磷酸溶液）=50：50。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：254 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：250 mg/L，线性范围：62 mg/L~1003 mg/L。

保留时间：苯胺酸约6.0 min。

### 6.40 苯酰菌胺 (zoxamide)

#### 6.40.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以乙腈+水为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长240 nm下对试样中的苯酰菌胺进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.40.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

乙腈：色谱纯。

水。

苯酰菌胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.40.3 操作条件

流动相： $\psi$ （乙腈：水）=65：35。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于2  $^{\circ}\text{C}$ ）。

检测波长：240 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：400 mg/L，线性范围：100 mg/L~1601 mg/L。

保留时间：苯胺胺酸约10.4 min。

#### 6.41 苯线磷（fenamiphos）

##### 6.41.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相，使用以ZORBAX Eclipse XDB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长250 nm下对试样中的苯线磷进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.41.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

苯线磷标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.41.3 操作条件

流动相： $\psi$ （乙腈：水）=45：55。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX Eclipse XDB-C<sub>18</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：250 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：200 mg/L，线性范围：49 mg/L~789 mg/L。

保留时间：苯线磷约9.9 min。

#### 6.42 苯氧威（fenoxycarb）

##### 6.42.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以乙腈+甲酸溶液为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长230 nm下对试样中的苯氧威进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.42.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

乙腈：色谱纯。

水。

甲酸。

甲酸溶液： $\Psi$ （甲酸：水）=1：1000。

苯氧威标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.42.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：甲酸溶液）=80：20。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}$ C  $\pm$  2  $^{\circ}$ C。

检测波长：230 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：125 mg/L，线性范围：31 mg/L~498 mg/L。

保留时间：苯氧威约4.1 min。

### 6.43 苯唑草酮 (topramezone)

#### 6.43.1 方法提要

试样用流动相溶解，以甲醇+乙酸铵溶液为流动相，使用以TC-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长255 nm下对试样中的苯唑草酮进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.43.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

乙酸铵。

乙酸铵溶液： $\rho$ （CH<sub>3</sub>COONH<sub>4</sub>）=1 g/L。

苯唑草酮标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.43.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：乙酸铵溶液）=80：20。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装TC-C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}$ C  $\pm$  2  $^{\circ}$ C。

检测波长：255 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：50 mg/L，线性范围：15 mg/L~251 mg/L。

保留时间：苯唑草酮约3.1 min。

#### 6.44 苯唑氟草酮 (chlorfluazuron)

##### 6.44.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以XTerra MS C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长220 nm下对试样中的苯唑氟草酮进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.44.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。

苯唑氟草酮标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.44.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=58：42。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装XTerra MS C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C ± 2 °C。

检测波长：220 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：50 mg/L~1006 mg/L。

保留时间：苯唑氟草酮约5.6 min。

#### 6.45 吡丙醚 (pyriproxyfen)

按HG/T 5239进行。

#### 6.46 吡草醚 (pyraflufen-ethyl)

##### 6.46.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以乙腈+水为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长243 nm下对试样中的吡草醚进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.46.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

乙腈：色谱纯。

水。

吡草醚标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.46.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：水）=65：35。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C ± 2 °C。

检测波长：243 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：62.5 mg/L，线性范围：15 mg/L~251 mg/L。

保留时间：吡草醚约9.5 min。

#### 6.47 吡虫啉 (imidacloprid)

按GB/T 28126进行。

#### 6.48 吡氟酰草胺 (diflufenican)

##### 6.48.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以甲醇+乙腈+水为流动相，使用以Acclaim 120 C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长280 nm下对试样中的吡氟酰草胺进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.48.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

乙腈：色谱纯。

水。

吡氟酰草胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.48.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：乙腈：水）=40：30：30。

色谱柱：250 mm $\times$ 4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装Acclaim 120 C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}$ C $\pm$ 2  $^{\circ}$ C。

检测波长：280 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：200 mg/L，线性范围：115 mg/L~1012 mg/L。

保留时间：吡氟酰草胺约7.5 min。

#### 6.49 吡啶磺隆 (pyrazosulfuron-ethyl)

按GB/T 22168进行。

#### 6.50 吡噻菌胺 (penthiopyrad)

##### 6.50.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以ZORBAX Eclipse XDB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长250 nm下对试样中的吡噻菌胺进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.50.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

吡噻菌胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。



### 6.50.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：水）=75：25。

色谱柱：150 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX Eclipse XDB-C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}$ C $\pm$ 2  $^{\circ}$ C。

检测波长：250 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：107 mg/L~1720 mg/L。

保留时间：吡噻菌胺约4.9 min。

### 6.51 吡蚜酮（pymetrozine）

按GB/T 34156进行。

### 6.52 吡唑草胺（metazachlor）

#### 6.52.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以LiChrosorb RP-18为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长263 nm下对试样中的吡唑草胺进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注：本方法参考CIPAC 411/TC/M。

#### 6.52.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

吡唑草胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.52.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：水）=60：40。

色谱柱：250 mm×4 mm（i.d.）不锈钢柱，内装LiChrosorb RP-18、7  $\mu$ m填充物。

流速：1.1 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于2  $^{\circ}$ C）。

检测波长：263 nm。

进样体积：10  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：5400 mg/L。

保留时间：吡唑草胺约7.0 min。

### 6.53 吡唑醚菌酯（pyraclostrobin）

按HG/T 5235进行。

### 6.54 吡唑萘菌胺（isopyrazam）

#### 6.54.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长254 nm下对试样中的吡唑萘菌胺进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

## 6.54.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

吡唑萘菌胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

## 6.54.3 操作条件

流动相：梯度洗脱条件如下。

时间/min	甲醇/% (V/V)	水/% (V/V)
0.0	50	50
5.0	50	50
8.0	65	35
13.0	65	35
21.0	75	25
24.0	75	25
25.0	50	50

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.2 mL/min。

柱温：25 °C±2 °C。

检测波长：254 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：200 mg/L，线性范围：51 mg/L~1011 mg/L。

保留时间：吡唑萘菌胺反式体约16.9 min，吡唑萘菌胺顺式体约17.4 min。

## 6.55 避蚊胺 (diethyltoluamide)

## 6.55.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长220 nm下对试样中的避蚊胺进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

## 6.55.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

避蚊胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

## 6.55.3 操作条件

流动相： $\psi$  (甲醇 : 水) = 65 : 35。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：25 °C±2 °C。

检测波长：220 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：200 mg/L，线性范围：53 mg/L~963 mg/L。

保留时间：避蚊胺约4.3 min。

## 6.56 苄氨基嘌呤 (6-benzylamino-purine)

### 6.56.1 方法提要

试样用流动相溶解，以甲醇+磷酸溶液为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长275 nm下对试样中的苄氨基嘌呤进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.56.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

磷酸。

水。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=2：1000。

苄氨基嘌呤标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.56.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：磷酸溶液）=40：60。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：25  $^{\circ}$ C  $\pm$  2  $^{\circ}$ C。

检测波长：275 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：200 mg/L，线性范围：42 mg/L~420 mg/L。

保留时间：苄氨基嘌呤约6.1 min。

## 6.57 苄嘧磺隆 (bensulfuron-methyl)

按GB/T 24757进行。

## 6.58 丙环唑 (propiconazol)

按GB/T 24749进行。

## 6.59 丙硫菌唑 (prothioconazole)

### 6.59.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+磷酸溶液为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长256 nm下对试样中的丙硫菌唑进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.59.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。

丙硫菌唑标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.59.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：磷酸溶液）=80：20。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：25 °C±2 °C。

检测波长：256 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：200 mg/L，线性范围：50 mg/L~802 mg/L。

保留时间：丙硫菌唑约8.6 min。

### 6.60 丙硫克百威 (benfuracarb)

#### 6.60.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相，正壬基酞苯为内标物，使用以ZORBAX C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长280 nm下对试样中的丙硫克百威进行反相高效液相色谱分离，内标法定量。

注：本方法参考CIPAC 501/TC/(M)。

#### 6.60.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

内标物：正壬基酞苯，应没有干扰分析的杂质。

内标溶液：称取10 g（精确至0.01 g）正壬基酞苯，置于250 mL容量瓶中，用乙腈溶解并稀释至刻度，摇匀。

丙硫克百威标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.60.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：水）=75：25。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX C<sub>18</sub>填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：40 °C±2 °C。

检测波长：280 nm。

进样体积：10 μL。

有效成分推荐浓度：800 mg/L。

保留时间：丙硫克百威约7.9 min，正壬基酞苯约14.8 min。

#### 6.60.4 溶液的制备

##### 6.60.4.1 标样溶液的制备

称取0.2 g（精确至0.000 1 g）丙硫克百威标样，置于50 mL容量瓶中，用移液管移入10 mL内标溶液，用乙腈稀释至刻度，摇匀。用另一支移液管移取10 mL上述溶液，置于50 mL容量瓶中，用乙腈稀释至刻度，摇匀。

##### 6.60.4.2 试样溶液的制备

称取含0.2 g（精确至0.000 1 g）丙硫克百威的试样，置于50 mL容量瓶中，用与6.60.4.1同一支移液管移入10 mL内标溶液，用乙腈稀释至刻度，摇匀。用另一支移液管移取10 mL上述溶液，置于50 mL容量瓶中，用乙腈稀释至刻度，摇匀，过滤。

## 6.61 丙硫唑（albendazole）

### 6.61.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+冰乙酸溶液为流动相，使用以Diamonsil C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长295 nm下对试样中的丙硫唑进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.61.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

冰乙酸。

冰乙酸溶液： $\Psi$ （冰乙酸：水）=1：1000。

丙硫唑标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.61.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：冰乙酸溶液）=70：30。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装Diamonsil C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：25  $^{\circ}$ C  $\pm$  2  $^{\circ}$ C。

检测波长：295 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：200 mg/L，线性范围：48 mg/L~755 mg/L。

保留时间：丙硫唑约7.8 min。

## 6.62 丙噁啉磺隆（propyrisulfuron）

### 6.62.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+冰乙酸溶液为流动相，使用以Diamonsil C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长231 nm下对试样中的丙噁啉磺隆进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.62.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

冰乙酸。

冰乙酸溶液： $\Psi$ （冰乙酸：水）=1：1000。

丙噁啉磺隆标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.62.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：冰乙酸溶液）=55：45。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装Diamonsil C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：25 °C ± 2 °C。

检测波长：231 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：200 mg/L，线性范围：51 mg/L ~ 812 mg/L。

保留时间：丙嗪啉磺隆约9.1 min。

## 6.63 丙炔噁草酮 (oxadiargyl)

### 6.63.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长290 nm下对试样中的丙炔噁草酮进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.63.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

丙炔噁草酮标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.63.3 操作条件

流动相： $\psi$  (乙腈 : 水) = 75 : 25。

色谱柱：250 mm × 4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：25 °C ± 2 °C。

检测波长：290 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：99 mg/L ~ 994 mg/L。

保留时间：丙炔噁草酮约6.4 min。

## 6.64 丙炔氟草胺 (flumioxazin)

### 6.64.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相，使用以Gemini C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长288 nm下对试样中的丙炔氟草胺进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注：本方法参考CIPAC 578/TC/m。

### 6.64.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

丙炔氟草胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.64.3 操作条件

流动相： $\psi$  (乙腈 : 水) = 50 : 50。

色谱柱：250 mm × 4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装Gemini C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：40 °C ± 2 °C。

检测波长：288 nm。

进样体积：10  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：500 mg/L。

保留时间：丙炔氟草胺约11.0 min。

## 6.65 丙酯草醚 (pyribambenz-propyl)

### 6.65.1 方法提要

试样用流动相溶解，以甲醇+水为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长299 nm下对试样中的丙酯草醚进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.65.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

丙酯草醚标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.65.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：水）=80：20。

色谱柱：250 mm $\times$ 4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：25  $^{\circ}$ C  $\pm$  2  $^{\circ}$ C。

检测波长：299 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：105 mg/L $\sim$ 1053 mg/L。

保留时间：丙酯草醚约9.0 min。

## 6.66 残杀威 (propoxur)

### 6.66.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相，正丁基苯酚为内标，使用以Partisil-10 ODS-3为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长280 nm下对试样中的残杀威进行反相高效液相色谱分离，内标法定量。

注：本方法参考CIPAC 80/TC/M2。

### 6.66.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

内标物：正丁基苯酚，应没有干扰分析的杂质。

内标溶液：称取6 g（精确至0.01 g）正丁基苯酚，置于200 mL容量瓶中，用乙腈溶解并稀释至刻度，摇匀。

残杀威标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.66.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：水）=60：40。

色谱柱：250 mm $\times$ 4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装Partisil-10 ODS-3、10  $\mu$ m填充物。

流速：1.5 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于 2℃）。

检测波长：280 nm。

进样体积：20 μL。

有效成分推荐浓度：600 mg/L。

保留时间：残杀威约5.5 min，正丁基苯酚约6.5 min。

#### 6.66.4 溶液的制备

##### 6.66.4.1 标样溶液的制备

称取0.3 g（精确至0.000 1 g）残杀威标样，置于50 mL容量瓶中，用移液管移入10 mL内标溶液，用乙腈稀释至刻度，摇匀。用另一支移液管移取10 mL上述溶液，置于100 mL容量瓶中，用乙腈稀释至刻度，摇匀。

##### 6.66.4.2 试样溶液的制备

称取含0.3 g（精确至0.000 1 g）残杀威的试样，置于50 mL容量瓶中，用与6.66.4.1同一支移液管移入10 mL内标溶液，用乙腈稀释至刻度，摇匀。用另一支移液管移取10 mL上述溶液，置于100 mL容量瓶中，用乙腈稀释至刻度，摇匀，过滤。

#### 6.67 草铵膦（glufosinate-ammonium）

按GB/T 33808进行。

#### 6.68 草除灵（benazolin-ethyl）

按HG/T 4468进行。

#### 6.69 草甘膦（glyphosate）

按GB/T 12686进行。

#### 6.70 草甘膦铵盐（glyphosate ammonium）

按GB/T 20686进行。

#### 6.71 草甘膦二甲胺盐（glyphosate dimethylamine salt）

按GB/T 20686进行。

#### 6.72 草甘膦钾盐（glyphosate potassium salt）

按GB/T 20686进行。

#### 6.73 草甘膦钠盐（glyphosate-Na）

按GB/T 20686进行。

#### 6.74 草甘膦异丙胺盐（glyphosate-isopropylammonium）

按GB/T 20686进行。

#### 6.75 赤霉酸（gibberellic acid）



按GB/T 15955进行。

## 6.76 赤霉酸 A4+A7 (gibberellic acid A4, A7)

### 6.76.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+磷酸溶液为流动相，使用以ZORBAX Extend-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长210 nm下对试样中的赤霉酸A4+A7进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.76.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=0.5：1000。

赤霉酸A4+A7标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.76.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：磷酸水溶液）=72：28。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX Extend-C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：25  $^{\circ}$ C  $\pm$  2  $^{\circ}$ C。

检测波长：210 nm。

进样体积：10  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：100 mg/L~1005 mg/L。

保留时间：赤霉酸A4约5.3 min、赤霉酸A7约4.7 min。

## 6.77 虫螨腈 (chlorfenapyr)

### 6.77.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以冰乙酸乙腈溶液+冰乙酸溶液为流动相，使用以HALO C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长300 nm下对试样中的虫螨腈进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注：本方法参考CIPAC 570/TC/M。

### 6.77.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

冰乙酸。

冰乙酸溶液： $\Psi$ （冰乙酸：水）=0.5：1000。

冰乙酸乙腈溶液： $\Psi$ （冰乙酸：乙腈）=0.5：1000。

虫螨腈标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.77.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （冰乙酸乙腈溶液：冰乙酸溶液）=60：40。

色谱柱：50 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装HALO C<sub>18</sub>、2.7  $\mu$ m填充物。

流速：2 mL/min。

柱温：25 °C ± 2 °C。

检测波长：300 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：500 mg/L。

保留时间：虫螨腈约2.6 min。

#### 6.78 虫酰肼 (tebufenozide)

按HG/T 4464进行。

#### 6.79 除草定 (bromacil)

##### 6.79.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相，使用以ZORBAX Extend-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长276 nm下对试样中的除草定进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.79.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

除草定标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.79.3 操作条件

流动相： $\psi$  (乙腈 : 水) = 40 : 60。

色谱柱：250 mm × 4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX Extend-C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：25 °C ± 2 °C。

检测波长：276 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：101 mg/L ~ 1015 mg/L。

保留时间：除草定约5.1 min。

#### 6.80 除草醚 (nitrofen)

##### 6.80.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长290 nm下对试样中的除草醚进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.80.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

除草醚标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.80.3 操作条件

流动相： $\psi$  (甲醇 : 水) = 80 : 20。

色谱柱：150 mm × 4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C ± 2 °C。

检测波长：290 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：107 mg/L~862 mg/L。

保留时间：除草醚约6.2 min。

#### 6.81 除虫脲 (diflubenzuron)

按NY/T 3578进行。

#### 6.82 春雷霉素 (kasugamycin)

按GB/T 34758进行。

#### 6.83 吡蚜灵 (pyridaben)

按GB/T 28130进行。

#### 6.84 大黄素甲醚 (physcion)

##### 6.84.1 方法提要

试样用丙酮溶解，以甲醇+磷酸溶液为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长225 nm下对试样中的大黄素甲醚进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.84.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

丙酮：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=5：1000。

大黄素甲醚标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.84.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：磷酸溶液）=85：15。

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C ± 2 °C。

检测波长：225 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：100 mg/L，线性范围：40 mg/L~162 mg/L。

保留时间：大黄素甲醚约7.4 min。

#### 6.85 大蒜素 (allicin)

##### 6.85.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以乙腈+水为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长230 nm下对试样中的二烯丙基二硫醚、二烯丙基三硫醚进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注：大蒜素由二烯丙基二硫醚、二烯丙基三硫醚两个成分组成，大蒜素含量为两个组分含量之和。由于二烯丙基二硫醚标样中含有少量二烯丙基三硫醚，二烯丙基三硫醚标样中含有少量二烯丙基二硫醚，应分别制备标样溶液进行测定。

### 6.85.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

乙腈：色谱纯。

水。

二烯丙基二硫醚标样：已知质量分数， $\omega \geq 90.0\%$ 。

二烯丙基三硫醚标样：已知质量分数， $\omega \geq 90.0\%$ 。

### 6.85.3 操作条件

流动相： $\psi$ （乙腈：水）=60：40。

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：230 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：二烯丙基二硫醚：500 mg/L，线性范围：280 mg/L~654 mg/L；

二烯丙基三硫醚：300 mg/L，线性范围：128 mg/L~542 mg/L。

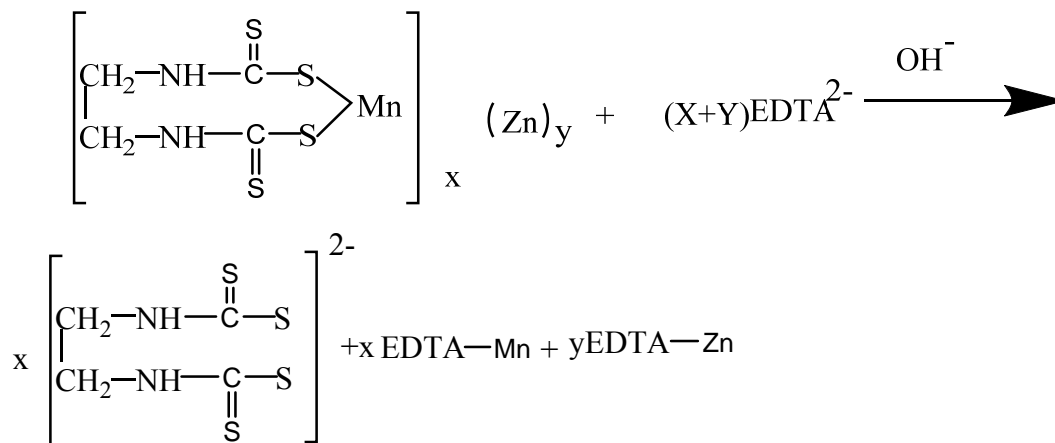
保留时间：二烯丙基二硫醚约7.6 min，二烯丙基三硫醚约12.2 min。

## 6.86 代森锰锌 (mancozeb)

### 6.86.1 方法提要

代森锰锌中的锰离子和锌离子与螯合剂 EDTA在碱性条件下形成络合物和水溶性的乙撑双硫代氨基甲酸负离子(简称代森锰锌衍生物)。该物质在波长282 nm采用反相高效液相色谱进行分离和测定。

代森锰锌衍生化过程反应方程式如下：



### 6.86.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

四丁基硫酸氢铵。

乙二胺四乙酸二钠。

磷酸氢二钠。

亚硫酸钠。

氢氧化钠。

氢氧化钠溶液： $\rho(\text{NaOH}) = 50 \text{ g/L}$ 。

缓冲溶液A：分别称取3.40 g（精确至0.001 g）四丁基硫酸氢铵、3.72 g（精确至0.001 g）乙二胺四乙酸二钠、1.42 g（精确至0.001 g）磷酸氢二钠，溶于1000 mL水中，用氢氧化钠溶液调pH至10，混合均匀。

缓冲溶液B：分别称取7.44 g（精确至0.001 g）乙二胺四乙酸二钠、1.42 g（精确至0.001 g）磷酸氢二钠，溶于1000 mL水中，用氢氧化钠溶液调pH至11后再加入3 g亚硫酸钠，混合均匀后放置冰箱冷藏至少50分钟，备用。

代森锰锌标样：已知质量分数， $\omega \geq 86.0\%$ 。

### 6.86.3 操作条件

流动相： $\Psi(\text{甲醇} : \text{缓冲溶液A}) = 30 : 70$ 。

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX Extend-C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于2℃）。

检测波长：282 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：35 mg/L，线性范围：29 mg/L~64 mg/L。

保留时间：代森锰锌衍生物约5.6 min。

### 6.86.4 溶液的制备

#### 6.86.4.1 标样溶液的制备

称取0.04 g（精确至0.000 1 g）代森锰锌标样，置于100 mL容量瓶中，振摇下加入80 mL缓冲溶液B。在超声波（超声波振荡器中加冰块，使超声温度不高于20℃）中振荡5 min，用缓冲溶液B稀释至刻度，摇匀。用移液管移取上述溶液5 mL，置于50 mL容量瓶中，用缓冲溶液B稀释至刻度，摇匀，过滤。

#### 6.86.4.2 试样溶液的制备

称取含0.035 g（精确至0.000 1 g）代森锰锌的试样，置于100 mL容量瓶中，振摇下加入80 mL缓冲溶液B。在超声波（超声波振荡器中加冰块，使超声温度不高于20℃）中振荡5 min，用缓冲溶液B稀释至刻度，摇匀。用移液管移取上述溶液5 mL，置于50 mL容量瓶中，用缓冲溶液B稀释至刻度，摇匀，过滤。

### 6.87 单甲脒盐酸盐 (semiamitraz chloride)

#### 6.87.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+乙酸铵溶液为流动相，使用以Kromasil C<sub>8</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长240nm下对试样中的单甲脒盐酸盐进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注：单甲脒盐酸盐中氯离子质量分数测定参考附录C进行。

### 6.87.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

乙酸铵。

乙酸铵溶液： $\rho(\text{CH}_3\text{COONH}_4) = 2 \text{ g/L}$ 。

单甲脒盐酸盐标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.87.3 操作条件

流动相： $\Psi(\text{甲醇} : \text{乙酸铵溶液}) = 60 : 40$ 。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装Kromasil C<sub>8</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：0.8 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：240 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：332 mg/L~727 mg/L。

保留时间：单甲脒约5.6 min。

## 6.88 单嘧磺隆 (monosulfuron)

### 6.88.1 方法提要

试样用四氢呋喃溶解，以甲醇+磷酸溶液为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长235 nm下对试样中的单嘧磺隆进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.88.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

四氢呋喃：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi(\text{磷酸} : \text{水}) = 5 : 1000$ 。

单嘧磺隆标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.88.3 操作条件

流动相： $\Psi(\text{甲醇} : \text{磷酸溶液}) = 45 : 55$ 。

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：235 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：100 mg/L，线性范围：39 mg/L~158 mg/L。

保留时间：单噻磺隆约6.6 min。

## 6.89 单噻磺酯 (monosulfuron-ester)

### 6.89.1 方法提要

试样用四氢呋喃溶解，以甲醇+磷酸溶液为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长240 nm下对试样中的单噻磺酯进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.89.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

四氢呋喃：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=5：1000。

单噻磺酯标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.89.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：磷酸溶液）=45：55。

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}$ C  $\pm$  2  $^{\circ}$ C。

检测波长：240 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：199 mg/L~799 mg/L。

保留时间：单噻磺酯约6.7 min。

## 6.90 单氰胺 (cyanamide)

### 6.90.1 方法提要

试样用水溶解，以甲醇+水+氨水为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长220 nm下对试样中的单氰胺进行反相高效液相色谱分离，以外标法定量。

注：因单氰胺晶体标样含量不均匀，可将其置于50  $^{\circ}$ C水浴中加热至完全熔化为液体，再制备单氰胺标样溶液。

### 6.90.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

氨水。

水。

单氰胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.90.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：水：氨水）=5：95：0.3。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：0.7 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}$ C  $\pm$  2  $^{\circ}$ C。

检测波长：220 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：1000 mg/L，线性范围：449 mg/L~1797 mg/L。

保留时间：单氰胺约2.9 min，双氰胺约3.9 min。

## 6.91 胆钙化醇 (cholecalciferol)

### 6.91.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长264nm下对试样中的胆钙化醇进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注：制备胆钙化醇饵粒试样溶液时，应在55  $\pm$  2  $^{\circ}$ C条件下超声波振荡35 min。

### 6.91.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

胆钙化醇标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.91.3 操作条件

流动相： $\psi$ （甲醇：水）=95：5。

色谱柱：150 mm $\times$ 4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $\pm$  2  $^{\circ}$ C。

检测波长：264 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：20 mg/L，线性范围：6 mg/L~63 mg/L。

保留时间：胆钙化醇约12.6 min。

## 6.92 稻瘟酰胺 (fenoxanil)

### 6.92.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以ZORBAX Eclipse XDB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长230 nm下对试样中的稻瘟酰胺进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.92.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

稻瘟酰胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.92.3 操作条件

流动相： $\psi$ （甲醇：水）=65：35。

色谱柱：150 mm $\times$ 4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX Eclipse XDB-C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $\pm$  2  $^{\circ}$ C。

检测波长：230 nm。



进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：1000 mg/L，线性范围：349 mg/L~1579 mg/L。

保留时间：稻瘟酰胺[含(R)-(R,S)异构体和(S)-(R,S)异构体]约11.2 min、12.0 min。

### 6.93 敌百虫 (trichlorfon)

按GB/T 334进行。

### 6.94 敌稗 (propanil)

#### 6.94.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+磷酸溶液为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长252 nm下对试样中的敌稗进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.94.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\psi$ （磷酸：水）=1：1000。

敌稗标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.94.3 操作条件

流动相： $\psi$ （甲醇：磷酸溶液）=75：25。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：252 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：98 mg/L~1484 mg/L。

保留时间：敌稗约5.5 min。

### 6.95 敌草快 (diquat)

按HG/T 5245进行。

### 6.96 敌草隆 (diuron)

按HG/T 5121进行。

### 6.97 敌枯双

#### 6.97.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相，使用以TC-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长260 nm下对试样中的敌枯双进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.97.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

敌枯双标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.97.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：水）=10：90。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装TC-C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：0.9 mL/min。

柱温：30 °C±2 °C。

检测波长：260 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：50 mg/L，线性范围：24 mg/L~246 mg/L。

保留时间：敌枯双约6.0 min。

## 6.98 丁吡吗啉（pyrimorph）

### 6.98.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长240 nm下对试样中的丁吡吗啉进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.98.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

丁吡吗啉标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.98.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：水）=60：40。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C±2 °C。

检测波长：240 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：1000 mg/L，线性范围：250 mg/L~4017 mg/L。

保留时间：丁吡吗啉约10.5 min。

## 6.99 丁虫腈（flufiprole）

### 6.99.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长287 nm下对试样中的丁虫腈进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.99.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1:1000。

丁虫脞标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.99.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=75:25。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C±2 °C。

检测波长：287 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：100 mg/L~2484 mg/L。

保留时间：丁虫脞约5.8 min。

## 6.100 丁氟螨酯 (cyflumetofen)

### 6.100.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以ZORBAX Extend-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长220 nm下对试样中的丁氟螨酯进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.100.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1:1000。

丁氟螨酯标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.100.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=70:30。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX Extend-C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C±2 °C。

检测波长：220 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：95 mg/L~958 mg/L。

保留时间：丁氟螨约8.3 min。

## 6.101 丁硫克百威 (carbosulfan)

按GB 22609进行。

## 6.102 丁醚脲 (diafenthiuron)

### 6.102.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以Nova-pak C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长250 nm下对试样中的丁醚脲进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.102.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

乙腈：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。

丁醚脲标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.102.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：乙腈：磷酸溶液）=30：35：35。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装Nova-pak C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C±2 °C。

检测波长：250 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：1000 mg/L，线性范围：250 mg/L~4001 mg/L。

保留时间：丁醚脲约10.4 min。

## 6.103 丁噻隆 (tebuthiuron)

### 6.103.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相，使用以TC-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长254 nm下对试样中的丁噻隆进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.103.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

丁噻隆标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.103.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：水）=30：70。

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装TC-C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C±2 °C。

检测波长：254 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：1000 mg/L，线性范围：214 mg/L~2102 mg/L。

保留时间：丁噻隆约6.1 min。

## 6.104 丁酰肼 (daminozide)

### 6.104.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+磷酸溶液为流动相，使用以TC-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长210 nm下对试样中的丁酰肼进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.104.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。

丁酰肼标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.104.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：磷酸溶液）=25：75。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装TC-C<sub>18</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：0.8 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：210 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：1000 mg/L，线性范围：197 mg/L~1980 mg/L。

保留时间：丁酰肼约4.0 min。

#### 6.105 丁香菌酯 (coumoxystrobin)

##### 6.105.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长236 nm下对试样中的丁香菌酯进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.105.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

丁香菌酯标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.105.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：水）=85：15。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：236 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：1000 mg/L，线性范围：248 mg/L~1989 mg/L。

保留时间：丁香菌酯约5.9 min。

#### 6.106 丁子香酚 (eugenol)

##### 6.106.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+磷酸溶液为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长282 nm下对试样中的丁子香酚进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.106.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。

丁子香酚标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.106.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：磷酸溶液）=75：25。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}$ C  $\pm$  2  $^{\circ}$ C。

检测波长：282 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：104 mg/L~1001 mg/L。

保留时间：丁子香酚约4.3 min。

#### 6.107 啞虫脒 (acetamiprid)

按HG/T 3755进行。

#### 6.108 啞磺草胺 (pyroxsulam)

##### 6.108.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长280 nm下对试样中的啞磺草胺进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.108.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。

啞磺草胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.108.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=65：35。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}$ C  $\pm$  2  $^{\circ}$ C。

检测波长：280 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：101 mg/L~1013 mg/L。

保留时间：啶磺草胺约为4.0 min。

## 6.109 啶菌噁唑 (pyrisoxazole)

### 6.109.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以WondaSil C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长220 nm下对试样中的啶菌噁唑进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.109.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

啶菌噁唑标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.109.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：水）=78:22。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装WondaSil C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：35  $^{\circ}$ C  $\pm$  2  $^{\circ}$ C。

检测波长：220 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：102 mg/L~1024 mg/L。

保留时间：啶菌噁唑Z体约13.2 min，啶菌噁唑E体约14.7 min。

## 6.110 啶嘧磺隆 (flazasulfuron)

### 6.110.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+冰乙酸溶液为流动相，使用以ZORBAX Eclipse XDB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长260 nm下对试样中的啶嘧磺隆进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注：本方法参考CIPAC 595/TC/M。

### 6.110.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

冰乙酸。

冰乙酸溶液： $\Psi$ （冰乙酸：水）=0.5:1000。

啶嘧磺隆标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.110.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：冰乙酸溶液）=55:45。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX Eclipse XDB-C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1 mL/min。

柱温：40  $^{\circ}$ C  $\pm$  2  $^{\circ}$ C。

检测波长：260 nm。

进样体积：10  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：400 mg/L，线性范围：40 mg/L~1065 mg/L。

保留时间：啉嘧磺隆约6.0 min。

#### 6.111 啉酰菌胺 (boscalid)

按HG/T 5427进行。

#### 6.112 啉氧菌酯 (picoxystrobin)

##### 6.112.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相，使用以Symmetry C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长220 nm下对试样中的啉氧菌酯进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.112.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

啉氧菌酯标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.112.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：水）=80：20。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装Symmetry C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}$ C  $\pm$  2  $^{\circ}$ C。

检测波长：220 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：100 mg/L~1000 mg/L。

保留时间：啉氧菌酯约5.8 min。

#### 6.113 毒氟磷

##### 6.113.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长270 nm下对试样中的毒氟磷进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.113.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

毒氟磷标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.113.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：水）=80：20。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：35  $^{\circ}$ C  $\pm$  2  $^{\circ}$ C。



检测波长：270 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：101 mg/L~1006 mg/L。

保留时间：毒氟磷约8.1 min。

#### 6.114 毒死蜱 (chlorpyrifos)

按GB/T 19604进行。

#### 6.115 对二氯苯 (p-dichlorobenzene)

##### 6.115.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以WondaSil C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长225 nm下对试样中的对二氯苯进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.115.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

对二氯苯标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.115.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：水）=80：20。

色谱柱：250 mm $\times$ 4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装WondaSil C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：35  $^{\circ}$ C  $\pm$  2  $^{\circ}$ C。

检测波长：225 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：100 mg/L~1000 mg/L。

保留时间：对二氯苯约7.3 min。

#### 6.116 对氯苯氧乙酸钠 (sodium 4-CPA)

##### 6.116.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以Symmetry C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长225 nm下对试样中的对氯苯氧乙酸进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注：对氯苯氧乙酸钠中钠离子质量分数测定参考GB/T 20686进行。

##### 6.116.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。

对氯苯氧乙酸钠标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.116.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=65:35。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装Symmetry C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C±2 °C。

检测波长：225 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：100 mg/L，线性范围：20 mg/L~499 mg/L。

保留时间：对氯苯氧乙酸约3.8 min。

#### 6.117 多菌灵 (carbendazim)

按GB/T 10501进行。

#### 6.118 多抗霉素B (polyoxin B)

##### 6.118.1 方法提要

试样用水溶解，以甲醇+三氟乙酸溶液为流动相，使用以ZORBAX SB-Aq为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长260 nm下对试样中的多抗霉素B进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.118.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

三氟乙酸。

三氟乙酸溶液： $\Psi$ （三氟乙酸：水）=1:1000。

多抗霉素B标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.118.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：三氟乙酸溶液）=0.5:99.5。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX SB-Aq、5 μm填充物。

流速：0.8 mL/min。

柱温：35 °C±2 °C。

检测波长：260 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：100 mg/L~1000 mg/L。

保留时间：多抗霉素B约6.6 min。

#### 6.119 多杀霉素 (spinosad)

##### 6.119.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+乙腈+缓冲溶液为流动相，使用以YMC ODS-AQ为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长250 nm下对试样中的多杀霉素进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注：本方法参考CIPAC 636/TC/(M)。

##### 6.119.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

乙腈：色谱纯。

水。

冰乙酸。

乙酸铵。

缓冲溶液：称取20 g（精确至0.01 g）乙酸铵，溶于1000 mL水中，用冰乙酸调pH至5.3。

多杀霉素标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.119.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：乙腈：缓冲溶液）=40:40:20。

色谱柱：150 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装YMC ODS-AQ、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.5 mL/min。

柱温：35  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：250 nm。

进样体积：20  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：250 mg/L。

保留时间：多杀霉素A约9.0 min，多杀霉素D约12.0 min。

### 6.120 多效唑（paclobutrazol）

按GB/T 22172进行。

### 6.121 莪术醇（curcumol）

#### 6.121.1 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Symmetry  $\text{C}_{18}$ 为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长210 nm下对试样中的莪术醇进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.121.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

甲酸。

甲酸溶液： $\Psi$ （甲酸：水）=1:1000。

莪术醇标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.121.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：甲酸溶液）=85:15。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装Symmetry  $\text{C}_{18}$ 、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：210 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：100 mg/L，线性范围：20 mg/L~499 mg/L。

保留时间：莪术醇约5.3 min。

### 6.122 噁草酸（propanoic acid）

### 6.122.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以WondaSil C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长235 nm下对试样中的噁草酸进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.122.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

噁草酸标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.122.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：水）=80：20。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装WondaSil C<sub>18</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：35  $^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：235 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：100 mg/L~1003 mg/L。

保留时间：噁草酸约11.3 min。

## 6.123 噁虫酮（metoxadiazone）

### 6.123.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以Symmetry C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长280 nm下对试样中的噁虫酮进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.123.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。

噁虫酮标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.123.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=65：35。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装Symmetry C<sub>18</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：280 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：101 mg/L~1001 mg/L。

保留时间：噁虫酮约4.4 min。

## 6.124 噁虫威（bendiocarb）

### 6.124.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相，苯丙酮为内标物，使用以Partisil-10 ODS-2为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长254 nm下对试样中的噁虫威进行反相高效液相色谱分离，内标法定量。

注：本方法参考CIPAC 232/TC/(M)。

### 6.124.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

内标物：苯丙酮，应没有干扰分析的杂质。

内标溶液：称取1 g（精确至0.01 g）苯丙酮，置于1000 mL容量瓶中，用乙腈溶解并稀释至刻度，摇匀。

噁虫威标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.124.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：水）=60：40。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装Partisil-10 ODS-2、10  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：2.0 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于2  $^{\circ}\text{C}$ ）。

检测波长：254 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：500 mg/L。

保留时间：噁虫威约3 min~5 min，苯丙酮约4.5 min~7.5 min。

### 6.124.4 溶液的制备

#### 6.124.4.1 标样溶液的制备

称取0.05 g（精确至0.000 1 g）噁虫威标样，置于100 mL容量瓶中，用移液管移入25 mL内标溶液，用乙腈稀释至刻度，摇匀。

#### 6.124.4.2 试样溶液的制备

称取含0.05 g（精确至0.000 1 g）噁虫威的试样，置于100 mL容量瓶中，用与6.124.4.1同一支移液管移入25 mL内标溶液，用乙腈稀释至刻度，摇匀，过滤。

### 6.125 噁霉灵（hymexazol）

#### 6.125.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长210 nm下对试样中的噁霉灵进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.125.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

噁霉灵标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.125.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：水）=60：40。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：0.8 mL/min。

柱温：25 °C±2 °C。

检测波长：210 nm。

进样体积：10 μL。

有效成分推荐浓度：100 mg/L，线性范围：63 mg/L~148 mg/L。

保留时间：噁霉灵约3.6 min。

### 6.126 噁嗪草酮（oxaziclomefone）

#### 6.126.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+磷酸溶液为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长220 nm下对试样中的噁嗪草酮进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.126.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。

噁嗪草酮标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.126.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：磷酸溶液）=80：20。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：25 °C±2 °C。

检测波长：220 nm。

进样体积：10 μL。

有效成分推荐浓度：100 mg/L，线性范围：60 mg/L~141 mg/L。

保留时间：噁嗪草酮约9.6 min。

### 6.127 噁霜灵（oxadixyl）

#### 6.127.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相，苯甲酮为内标物，使用以Hibar LiChrosorb RP-Select B为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长267 nm下对试样中的噁霜灵进行反相高效液相色谱分离，内标法定量。

注：本方法参考CIPAC 397/TC/M。

#### 6.127.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

内标物：苯甲酮，应没有干扰分析的杂质。

内标溶液：称取0.14 g（精确至0.001 g）苯甲酮，置于1000 mL容量瓶中，用乙腈溶解并稀释至刻度，摇匀。

噁霜灵标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.127.3 操作条件

流动相： $\psi$ （乙腈：水）=40：60。

色谱柱：250 mm×4 mm（i.d.）不锈钢柱，内装Hibar LiChrosorb RP-Select B、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.5 mL/min。

柱温：35  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：267 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：2600 mg/L。

保留时间：噁霜灵约4.8 min，苯甲酮约20.6 min。

### 6.127.4 溶液的制备

#### 6.127.4.1 标样溶液的制备

称取0.13 g（精确至0.000 1 g）噁霜灵标样，置于100 mL锥形瓶中，用移液管移入50 mL内标溶液，超声波振荡10 min，冷却至室温，摇匀。

#### 6.127.4.2 试样溶液的制备

称取含0.13 g（精确至0.000 1 g）噁霜灵的试样，置于100 mL锥形瓶中，用与6.127.4.1同一支移液管移入50 mL内标溶液，超声波振荡10 min，冷却至室温，摇匀，过滤。

## 6.128 噁唑菌酮（famoxadone）

### 6.128.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以Hypersil GOLD-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长228 nm下对试样中的噁唑菌酮进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.128.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

噁唑菌酮标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.128.3 操作条件

流动相： $\psi$ （甲醇：水）=80：20。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装Hypersil GOLD-C<sub>18</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：228 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：400 mg/L，线性范围：8 mg/L~798 mg/L。

保留时间：噁唑菌酮约5.5 min。

## 6.129 噁唑酰草胺 (metamifop)

### 6.129.1 噁唑酰草胺混合体质量分数的测定

#### 6.129.1.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以Hypersil GOLD-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长237 nm下对试样中的噁唑酰草胺混合体进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.129.1.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

噁唑酰草胺标样：已知噁唑酰草胺混合体（*R*-对映体+*S*-对映体）质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.129.1.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：水）=80：20。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装Hypersil GOLD-C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}$ C  $\pm$  2  $^{\circ}$ C。

检测波长：237 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：400 mg/L，线性范围：7 mg/L~983 mg/L。

保留时间：噁唑酰草胺混合体约7.6 min。

### 6.129.2 噁唑酰草胺比例的测定

#### 6.129.2.1 方法提要

试样用正己烷溶解，以正己烷+二乙醇胺乙醇溶液为流动相，使用以CHIRALPAK IG为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长254 nm下对试样中的噁唑酰草胺进行正相高效液相色谱手性分离和测定。

#### 6.129.2.2 试剂和溶液

正己烷：色谱纯。

乙醇：色谱纯。

二乙醇胺。

二乙醇胺乙醇溶液： $\Psi$ （二乙醇胺：乙醇）=1：1000。

噁唑酰草胺消旋体标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.129.2.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （正己烷：二乙醇胺乙醇溶液）=60：40。

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装CHIRALPAK IG、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：25  $^{\circ}$ C  $\pm$  2  $^{\circ}$ C。



检测波长：254 nm。

进样体积：10  $\mu$ L。

保留时间：噁唑酰草胺约7.4 min，*S*-对映体约9.9 min。

#### 6.130 二甲戊灵 (pendimethalin)

按GB/T 22177进行。

#### 6.131 二氯吡啶酸 (clopyralid)

按HG/T 5130进行。

#### 6.132 二氯喹啉草酮 (quintrione)

##### 6.132.1 方法提要

试样用流动相溶解，以乙腈+冰乙酸溶液为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长230 nm下对试样中的二氯喹啉草酮进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.132.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

冰乙酸。

冰乙酸溶液： $\Psi$ （冰乙酸：水）=3：1000。

二氯喹啉草酮标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.132.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：冰乙酸溶液）=55：45。

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、3.5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：25  $^{\circ}$ C  $\pm$  2  $^{\circ}$ C。

检测波长：230 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：200 mg/L，线性范围：40 mg/L~400 mg/L。

保留时间：二氯喹啉草酮约8.8 min。

#### 6.133 二氯喹啉酸 (quinclorac)

按NY/T 3593进行。

#### 6.134 二氢吡吩铁 (iron chlorine e6)

##### 6.134.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以乙腈+缓冲溶液为流动相，使用以ZORBAX Extend-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长392 nm下对试样中的二氢吡吩铁进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注：由于二氢吡吩铁溶液易光解且稳定性差，在制备二氢吡吩铁标样溶液和试样溶液时，应在避光条件下使用棕色容量瓶进行配制，且环境温度不得高于20  $^{\circ}$ C，制备好的溶液应在20  $^{\circ}$ C  $\pm$  2  $^{\circ}$ C条件下1 h内完成测定。

### 6.134.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

乙腈：色谱纯。

水。

十二水合磷酸氢二钠。

四甲基氯化铵。

缓冲溶液：称取7 g（精确至0.01 g）十二水合磷酸氢二钠，溶于1000 mL水中，用磷酸调pH至2.0，再加入2 g（精确至0.01 g）四甲基氯化铵，混合均匀。

二氢吡吩铁标样：已知质量分数， $\omega \geq 93.0\%$ 。

### 6.134.3 操作条件

流动相： $\psi$ （乙腈：缓冲溶液）=38：62。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX Extend-C<sub>18</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：20  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：392 nm。

进样体积：20  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：40 mg/L，线性范围：9 mg/L~194 mg/L。

保留时间：二氢吡吩铁约14.5 min。

### 6.135 二氰蒽醌（dithianon）

#### 6.135.1 方法提要

试样用二噁烷溶解、乙腈稀释，以乙腈+水为流动相，使用以ODS Hypersil为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长254 nm下对试样中的二氰蒽醌进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注：本方法参考CIPAC 153/TC/M2。

#### 6.135.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

二噁烷：色谱纯。

水。

二氰蒽醌标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.135.3 操作条件

流动相： $\psi$ （乙腈：水）=75：25。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ODS Hypersil、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：22  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：254 nm。

进样体积：10  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：100 mg/L。

保留时间：二氰蒽醌约7.9 min。

#### 6.135.4 溶液的制备

##### 6.135.4.1 标样溶液的制备

称取0.05 g（精确至0.000 1 g）二氰蒽醌标样，置于25 mL容量瓶中，加入20 mL二噁烷，超声波振荡3 min，冷却至室温，用二噁烷稀释至刻度，摇匀。用移液管移取5 mL上述溶液，置于100 mL容量瓶中，用乙腈稀释至刻度，摇匀。

##### 6.135.4.2 试样溶液的制备

称取含0.05 g（精确至0.000 1 g）二氰蒽醌的试样，置于25 mL容量瓶中，加入20 mL二噁烷，超声波振荡3 min，冷却至室温，用二噁烷稀释至刻度，摇匀。用移液管移取5 mL上述溶液，置于100 mL容量瓶中，用乙腈稀释至刻度，摇匀，过滤。

#### 6.136 粉唑醇（flutriafol）

##### 6.136.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用Hypersil GOLD-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长261 nm下对试样中的粉唑醇进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.136.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

粉唑醇标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.136.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：水）=60：40。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装Hypersil GOLD-C<sub>18</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：261 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：1000 mg/L，线性范围：19 mg/L~1950 mg/L。

保留时间：粉唑醇约7.8 min。

#### 6.137 砒吡草唑（pyroxasulfone）

##### 6.137.1 方法提要

试样用流动相溶解，以乙腈+水为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长226 nm下对试样中的砒吡草唑进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.137.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

砒吡草唑标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.137.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：水）=65：35。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：25 °C±2 °C。

检测波长：226 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：1000 mg/L，线性范围：200 mg/L~2003 mg/L。

保留时间：砒吡草唑约4.9 min。

### 6.138 砒啞磺隆（rimsulfuron）

按NY/T 3580进行。

### 6.139 呋草酮（flurtamone）

#### 6.139.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长275 nm下对试样中的呋草酮进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.139.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。

呋草酮标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.139.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=65：35。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：25 °C±2 °C。

检测波长：275 nm。

进样体积：10 μL。

有效成分推荐浓度：100 mg/L，线性范围：53 mg/L~143 mg/L。

保留时间：呋草酮约4.8 min。

### 6.140 呋虫胺（dinotefuran）

按NY/T 3582进行。

### 6.141 呋喃虫酰肼（furan tebufenozide）

#### 6.141.1 方法提要

试样用流动相溶解，以甲醇+水为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长220 nm下对试样中的呋喃虫酰肼进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.141.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

呋喃虫酰肼标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.141.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：水）=70：30。

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、3.5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：25  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：220 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：100 mg/L~1006 mg/L。

保留时间：呋喃虫酰肼约6.4 min。

### 6.142 呋喃磺草酮 (tefuryltrione)

#### 6.142.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以甲醇+磷酸溶液为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长285 nm下对试样中的呋喃磺草酮进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.142.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

乙腈：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=0.5：1000。

呋喃磺草酮标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.142.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：磷酸溶液）=50：50。

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.2 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于2  $^{\circ}\text{C}$ ）。

检测波长：285 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：157 mg/L~1310 mg/L。

保留时间：呋喃磺草酮约11.5 min。

### 6.143 氟胺磺隆 (triflusulfuron-methyl)

#### 6.143.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以Wondasil C<sub>18</sub>-WR为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长225 nm下对试样中的氟胺磺隆进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.143.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。

氟胺磺隆标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.143.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=60：40。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装Wondasil C<sub>18</sub>-WR、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：35  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：225 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：400 mg/L，线性范围：103 mg/L~1570 mg/L。

保留时间：氟胺磺隆约8.0 min。

#### 6.144 氟苯虫酰胺（flubendiamide）

##### 6.144.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以乙腈+水为流动相，使用以Acclaim 120 C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长254 nm下对试样中的氟苯虫酰胺进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.144.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

甲醇：色谱纯。

水。

氟苯虫酰胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.144.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：水）=70：30。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装Acclaim 120 C<sub>18</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于2  $^{\circ}\text{C}$ ）。

检测波长：254 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：600 mg/L，线性范围：119 mg/L~2982 mg/L。

保留时间：氟苯虫酰胺约7.6 min。

## 6.145 氟吡呋喃酮 (flupyradifurone)

### 6.145.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相，使用以ZORBAX Eclipse Plus C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长260 nm下对试样中的氟吡呋喃酮进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.145.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

氟吡呋喃酮标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.145.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：水）=40：60。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX Eclipse Plus C<sub>18</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：260 nm。

进样体积：10  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：100 mg/L，线性范围：59 mg/L~162 mg/L。

保留时间：氟吡呋喃酮约4.9 min。

## 6.146 氟吡磺隆 (flucetosulfuron)

### 6.146.1 方法提要

试样用流动相溶解，以乙腈+缓冲溶液为流动相，使用以Acclaim 120 C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长254 nm下对试样中的氟吡磺隆进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.146.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

冰乙酸。

乙酸铵。

缓冲溶液：称取1.5 g（精确至0.01 g）乙酸铵和0.6 g（精确至0.01 g）冰乙酸，溶于1000 mL水中，混合均匀。

氟吡磺隆标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.146.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：缓冲溶液）=32：68。

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装Acclaim 120 C<sub>18</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于2  $^{\circ}\text{C}$ ）。

检测波长：254 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：400 mg/L，线性范围：78 mg/L~1964 mg/L。

保留时间：氟吡磺隆E体约5.2 min，氟吡磺隆Z体约7.3 min。

#### 6.147 氟吡菌胺（fluopicolide）

##### 6.147.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相，使用以ZORBAX Eclipse Plus C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长270 nm下对试样中的氟吡菌胺进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.147.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

氟吡菌胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.147.3 操作条件

流动相： $\psi$ （乙腈：水）=60：40。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX Eclipse Plus C<sub>18</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：270 nm。

进样体积：10  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：155 mg/L~989 mg/L。

保留时间：氟吡菌胺约7.8 min。

#### 6.148 氟吡菌酰胺（fluopyram）

##### 6.148.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长210 nm下对试样中的氟吡菌酰胺进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.148.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

氟吡菌酰胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.148.3 操作条件

流动相： $\psi$ （甲醇：水）=70：30。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：210 nm。

进样体积：10  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：100 mg/L，线性范围：56 mg/L~132 mg/L。

保留时间：氟吡菌酰胺约8.4 min。



## 6.149 氟吡酰草胺 (picolinafen)

### 6.149.1 方法提要

试样用乙腈溶解,以乙腈+水为流动相,使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器,在波长290 nm下对试样中的氟吡酰草胺进行反相高效液相色谱分离,外标法定量。

### 6.149.2 试剂和溶液

乙腈:色谱纯。

水。

氟吡酰草胺标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.149.3 操作条件

流动相: $\psi$ (乙腈:水)=80:20。

色谱柱:250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱,内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速:1.0 mL/min。

柱温:30  $^{\circ}$ C $\pm$ 2  $^{\circ}$ C。

检测波长:290 nm。

进样体积:10  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度:100 mg/L,线性范围:62 mg/L~145 mg/L。

保留时间:氟吡酰草胺约6.8 min。

## 6.150 氟丙菊酯 (acrinathrin)

### 6.150.1 氟丙菊酯总酯质量分数的测定

#### 6.150.1.1 方法提要

试样用甲醇溶解,以甲醇+水为流动相,使用以ZORBAX Eclipse XDB-C<sub>8</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器,在波长235 nm下对试样中的氟丙菊酯总酯进行反相高效液相色谱分离,外标法定量。

#### 6.150.1.2 试剂和溶液

甲醇:色谱纯。

水。

氟丙菊酯标样:已知氟丙菊酯总酯质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.150.1.3 操作条件

流动相: $\psi$ (甲醇:水)=83:17。

色谱柱:150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱,内装ZORBAX Eclipse XDB-C<sub>8</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速:1.0 mL/min。

柱温:30  $^{\circ}$ C $\pm$ 2  $^{\circ}$ C。

检测波长:235 nm。

进样体积:5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度:250 mg/L,线性范围:90 mg/L~512 mg/L。

保留时间:氟丙菊酯总酯约8.3 min。

## 6.150.2 氟丙菊酯比例的测定

### 6.150.2.1 方法提要

试样用流动相溶解，以正戊烷+四氢呋喃为流动相，使用以Luna Silica为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长235 nm下对试样中氟丙菊酯进行正相高效液相色谱分离和测定。

### 6.150.2.2 试剂和溶液

正戊烷：色谱纯。

四氢呋喃。

氟丙菊酯混合体标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.150.2.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （正戊烷：四氢呋喃）=98：2。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装Luna Silica、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：235 nm。

进样体积：10  $\mu\text{L}$ 。

保留时间：氟丙菊酯约6.6 min，R-异构体约4.6 min。

## 6.151 氟虫腈（fipronil）

### 6.151.1 方法提要

试样用异丙醇溶解，以乙腈+水为流动相，使用以Nucleosil C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长280 nm下对试样中的氟虫腈进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注：本方法参考CIPAC 581/TC/M。

### 6.151.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

异丙醇：色谱纯。

水。

氟虫腈标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.151.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：水）=65：35。

色谱柱：250 mm×4 mm（i.d.）不锈钢柱，内装Nucleosil C<sub>18</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：40  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：280 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：250 mg/L。

保留时间：氟虫腈约6.0 min。

## 6.152 氟虫脲（flufenoxuron）

### 6.152.1 方法提要

试样用四氢呋喃溶解、稀释溶剂稀释，以甲醇+缓冲溶液为流动相，使用以Phenyl-Hexyl为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长270 nm下对试样中的氟虫脲进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注：本方法参考CIPAC 704/TC/M。

### 6.152.2 试剂和溶液

四氢呋喃：色谱纯。

甲醇：色谱纯。

水。

氢氧化钠。

磷酸。

冰乙酸。

冰乙酸溶液： $c(\text{CH}_3\text{COOH}) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

磷酸溶液： $c(\text{H}_3\text{PO}_4) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

氢氧化钠溶液： $c(\text{NaOH}) = 5 \text{ mol/L}$ 。

缓冲溶液：移取250 mL磷酸溶液和250 mL冰乙酸溶液，用水稀释至1000 mL，用氢氧化钠溶液调pH至2.5，混合均匀。

稀释溶剂： $\Psi(\text{四氢呋喃} : \text{水}) = 75 : 25$ 。

氟虫脲标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.152.3 操作条件

流动相： $\Psi(\text{甲醇} : \text{缓冲溶液}) = 80 : 20$ 。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装Phenyl-Hexyl、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于2  $^{\circ}\text{C}$ ）。

检测波长：270 nm。

进样体积：15  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：200 mg/L。

保留时间：氟虫脲约21.2 min。

### 6.152.4 溶液的制备

#### 6.152.4.1 标样溶液的制备

称取0.1 g（精确至0.000 1 g）氟虫脲标样，置于100 mL容量瓶中，加入70 mL四氢呋喃，超声波振荡5 min，冷却至室温，用四氢呋喃稀释至刻度，摇匀。用移液管移取10 mL上述溶液，置于50 mL容量瓶中，用稀释溶剂稀释至刻度，摇匀。

#### 6.152.4.2 试样溶液的制备

称取含0.1 g（精确至0.000 1 g）氟虫脲的试样，置于100 mL容量瓶中，加入70 mL四氢呋喃，超声波振荡5 min，冷却至室温，用四氢呋喃稀释至刻度，摇匀。用移液管移取10 mL上述溶液，置于50 mL容量瓶中，用稀释溶剂稀释至刻度，摇匀，过滤。

### 6.153 氟啶胺 (fluazinam)

按NY/T 3585进行。

### 6.154 氟啶草酮 (thi fluzamide)

#### 6.154.1 方法提要

试样用流动相溶解，以乙腈+冰乙酸溶液为流动相，使用以 ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长235 nm下对试样中的氟啶草酮进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.154.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

冰乙酸。

冰乙酸溶液： $\Psi$ （冰乙酸：水）=5：1000

氟啶草酮标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.154.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：冰乙酸溶液）=60：40。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}$ C  $\pm$  2  $^{\circ}$ C。

检测波长：235 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：300 mg/L，线性范围：54 mg/L~537 mg/L。

保留时间：氟啶草酮约5.8 min。

### 6.155 氟啶虫胺腈 (sulfoxaflor)

#### 6.155.1 方法提要

试样用流动相溶解，以乙腈+冰乙酸溶液为流动相，使用以XTerra MS C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长260 nm下对试样中的氟啶虫胺腈进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.155.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

冰乙酸。

冰乙酸溶液： $\Psi$ （冰乙酸：水）=2：1000。

氟啶虫胺腈标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.155.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：冰乙酸溶液）=30：70。

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装XTerra MS C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：25 °C ± 2 °C。

检测波长：260 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：52 mg/L~1059 mg/L。

保留时间：氟啶虫胺脒（含一对非对映体）约5.4 min、5.8 min。

## 6.156 氟啶虫酰胺（flonicamid）

### 6.156.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以XTerra MS C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长265 nm下对试样中的氟啶虫酰胺进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.156.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

氟啶虫酰胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.156.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：水）=30：70。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装XTerra MS C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：25 °C ± 2 °C。

检测波长：265 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：49 mg/L~995 mg/L。

保留时间：氟啶虫酰胺约6.0 min。

## 6.157 氟啶脲（chlorfluazuron）

### 6.157.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以ZORBAX Extend-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长254 nm下对试样中的氟啶脲进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.157.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

氟啶脲标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.157.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：水）=85：15。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX Extend-C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于2 °C）。

检测波长：254 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：200 mg/L，线性范围：77 mg/L~1144 mg/L。

保留时间：氟啶脲约8.2 min。

## 6.158 氟硅菊酯 (silaf luofen)

### 6.158.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以XTerra MS C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长230 nm下对试样中的氟硅菊酯进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.158.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

氟硅菊酯标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.158.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：水）=95：5。

色谱柱：250 mm $\times$ 4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装XTerra MS C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：25  $^{\circ}$ C  $\pm$  2  $^{\circ}$ C。

检测波长：230 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：200 mg/L，线性范围：48 mg/L~977 mg/L。

保留时间：氟硅菊酯约6.6 min。

## 6.159 氟硅唑 (flusilazole)

### 6.159.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以ZORBAX Extend-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长220 nm下对试样中的氟硅唑进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.159.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

氟硅唑标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.159.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：水）=80：20。

色谱柱：250 mm $\times$ 4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX Extend-C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于2  $^{\circ}$ C）。

检测波长：220 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：176 mg/L~1404 mg/L。

保留时间：氟硅唑约4.9 min。

#### 6.160 氟环唑 (epoxiconazole)

按HG/T 5429进行。

#### 6.161 氟磺胺草醚 (fomesafen)

按GB/T 22167进行。

#### 6.162 氟节胺 (flumetralin)

##### 6.162.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相，使用以XTerra MS C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长270 nm下对试样中的氟节胺进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.162.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

氟节胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.162.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：水）=85：15。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装XTerra MS C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：25  $^{\circ}$ C  $\pm$  2  $^{\circ}$ C。

检测波长：270 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：49 mg/L~994 mg/L。

保留时间：氟节胺约5.2 min。

#### 6.163 氟菌唑 (triflumizole)

##### 6.163.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以ZORBAX Eclipse Plus C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长238 nm下对试样中的氟菌唑进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.163.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

氟菌唑标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.163.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：水）=85：15。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX Eclipse Plus C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C ± 2 °C。

检测波长：238 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：50 mg/L ~ 1014 mg/L。

保留时间：氟菌唑约6.3 min。

#### 6.164 氟铃脲 (hexaflumuron)

##### 6.164.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相，使用以ZORBAX Eclipse Plus C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长254 nm下对试样中的氟铃脲进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.164.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

氟铃脲标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.164.3 操作条件

流动相： $\psi$  (乙腈 : 水) = 83 : 17。

色谱柱：250 mm × 4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX Eclipse Plus C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：25 °C ± 2 °C。

检测波长：254 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：50 mg/L ~ 1017 mg/L。

保留时间：氟铃脲约4.3 min。

#### 6.165 氟硫草定 (dithiopyr)

##### 6.165.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相，使用以ZORBAX Eclipse Plus C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长240 nm下对试样中的氟硫草定进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.165.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

氟硫草定标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.165.3 操作条件

流动相： $\psi$  (乙腈 : 水) = 60 : 40。

色谱柱：250 mm × 4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX Eclipse Plus C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.2 mL/min。

柱温：30 °C ± 2 °C。

检测波长：240 nm。



进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：200 mg/L，线性范围：20 mg/L~403 mg/L。

保留时间：氟硫草定约22.9 min。

## 6.166 氟氯苯菊酯 (flumethrin)

### 6.166.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相，使用以XTerra MS C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长265 nm下对试样中的氟氯苯菊酯进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.166.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

氟氯苯菊酯标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.166.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：水）=90：10。

色谱柱：250 mm $\times$ 4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装XTerra MS C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：25  $^{\circ}$ C  $\pm$  2  $^{\circ}$ C。

检测波长：265 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：200 mg/L，线性范围：53 mg/L~1072 mg/L。

保留时间：氟氯苯菊酯约6.9 min。

## 6.167 氟氯吡啶酯 (halauxifen-methyl)

### 6.167.1 方法提要

试样用稀释溶剂溶解，以甲醇+磷酸溶液为流动相，使用以ZORBAX Eclipse Plus C<sub>8</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长250 nm下对试样中的氟氯吡啶酯进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.167.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

乙腈：色谱纯。

水。

磷酸。

稀释溶剂： $\Psi$ （乙腈：水）=50：50。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。

氟氯吡啶酯标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.167.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：磷酸溶液）=60：40。

色谱柱：250 mm $\times$ 4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX Eclipse Plus C<sub>8</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C ± 2 °C。

检测波长：250 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：100 mg/L，线性范围：42 mg/L ~ 160 mg/L。

保留时间：氟氯吡啶酯约9.8 min。

#### 6.168 氟氯氰菊酯 (cyfluthrin)

按HG/T 4927进行。

#### 6.169 氟吗啉 (flumorph)

##### 6.169.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+磷酸溶液为流动相，使用以Acclaim 120 C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长236 nm下对试样中的氟吗啉进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.169.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。

氟吗啉标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.169.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：磷酸溶液）=58：42。

色谱柱：250 mm × 4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装Acclaim 120 C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于2 °C）。

检测波长：236 nm。

进样体积：10 μL。

有效成分推荐浓度：200 mg/L，线性范围：103 mg/L ~ 2582 mg/L。

保留时间：氟吗啉E体约5.5 min，氟吗啉Z体约8.9 min。

#### 6.170 氟醚菌酰胺 (fluopimomide)

##### 6.170.1 方法提要

试样用流动相溶解，以甲醇+水为流动相，使用以Synchronis C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长230 nm下对试样中的氟醚菌酰胺进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.170.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

氟醚菌酰胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.170.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：水）=70:30。

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装Synchronis C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C±2 °C。

检测波长：230 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：400 mg/L，线性范围：115 mg/L~602 mg/L。

保留时间：氟醚菌酰胺约7.2 min。

### 6.171 氟啉菌酯 (fluoxastrobin)

#### 6.171.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以甲醇+乙腈+水为流动相，使用以ZORBAX Eclipse Plus C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长254 nm下对试样中的氟啉菌酯进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.171.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

乙腈：色谱纯。

水。

氟啉菌酯标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.171.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：乙腈：水）=30:30:40。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX Eclipse Plus C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C±2 °C。

检测波长：254 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：196 mg/L~752 mg/L。

保留时间：氟啉菌酯约17.7 min。

### 6.172 氟噁草胺 (flufenacet)

#### 6.172.1 方法提要

试样用流动相溶解，以乙腈+水为流动相，使用以ZORBAX Eclipse Plus C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长230 nm下对试样中的氟噁草胺进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.172.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

氟噁草胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.172.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：水）=65：35。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX Eclipse Plus C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C±2 °C。

检测波长：230 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：246 mg/L~788 mg/L。

保留时间：氟噻草胺约7.2 min。

## 6.173 氟噻唑吡乙酮（oxathiapiprolin）

### 6.173.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相，使用以ZORBAX Eclipse Plus C<sub>8</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长260 nm下对试样中的氟噻唑吡乙酮进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.173.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

氟噻唑吡乙酮标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.173.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：水）=55：45。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX Eclipse Plus C<sub>8</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C±2 °C。

检测波长：260 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：152 mg/L~996 mg/L。

保留时间：氟噻唑吡乙酮约10.1 min。

## 6.174 氟鼠灵（floucoumafen）

### 6.174.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以乙腈+冰乙酸溶液为流动相，使用以ZORBAX Eclipse Plus C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长220 nm下对试样中的氟鼠灵进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.174.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

甲醇：色谱纯。

水。

冰乙酸。

冰乙酸溶液： $\Psi$ （冰乙酸：水）=2：1000。

氟鼠灵标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.174.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：冰乙酸溶液）=80：20。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX Eclipse Plus C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C±2 °C。

检测波长：220 nm。

进样体积：20 μL。

有效成分推荐浓度：20 mg/L，线性范围：5 mg/L~50 mg/L。

保留时间：氟鼠灵顺式体约7.7 min，氟鼠灵反式体约9.0 min。

### 6.175 氟酮磺草胺（triafamone）

#### 6.175.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以ZORBAX Eclipse Plus C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长260 nm下对试样中的氟酮磺草胺进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.175.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。

氟酮磺草胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.175.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=40：60。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX Eclipse Plus C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C±2 °C。

检测波长：260 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：228 mg/L~750 mg/L。

保留时间：氟酮磺草胺约19.1 min。

### 6.176 氟烯线砜（fluensulfone）

#### 6.176.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+磷酸溶液为流动相，使用以ZORBAX Eclipse Plus C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长270 nm下对试样中的氟烯线砜进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.176.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=2:1000。

氟烯线砒标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.176.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：磷酸溶液）=55:45。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX Eclipse Plus C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C±2 °C。

检测波长：270 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：400 mg/L，线性范围：163 mg/L~863 mg/L。

保留时间：氟烯线砒约11.2 min。

### 6.177 氟酰胺（flutolanil）

#### 6.177.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以ZORBAX Eclipse Plus C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长248 nm下对试样中的氟酰胺进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.177.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

氟酰胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.177.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：水）=65:35。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX Eclipse Plus C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C±2 °C。

检测波长：248 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：185 mg/L~1000 mg/L。

保留时间：氟酰胺约9.9 min。

### 6.178 氟酰胺脲（novaluron）

#### 6.178.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相，使用LiChrospher RP-18e为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长260 nm下对试样中的氟酰胺脲进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注：本方法参考CIPAC 672/TC/(M)。

#### 6.178.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

氟酰胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.178.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：水）=65：35。

色谱柱：250 mm×4 mm（i.d.）不锈钢柱，内装LiChrospher RP-18e、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.5 mL/min。

柱温：40  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：260 nm。

进样体积：10  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：500 mg/L。

保留时间：氟酰胺约7.0~8.0 min。

### 6.179 氟蚁腓（hydramethylnon）

#### 6.179.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+三乙胺溶液为流动相，使用以Inertsil ODS-3为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长298 nm下对试样中的氟蚁腓进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.179.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

三乙胺。

三乙胺溶液： $\Psi$ （三乙胺：水）=10：1000。

氟蚁腓标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.179.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：三乙胺溶液）=90：10。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装Inertsil ODS-3、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.2 mL/min。

柱温：35  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：298 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：1000 mg/L，线性范围：105 mg/L~3165 mg/L。

保留时间：氟蚁腓约7.8 min。

### 6.180 氟唑环菌胺（sedaxane）

#### 6.180.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+磷酸溶液为流动相，使用以Inertsil ODS-3为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长220 nm下对试样中的氟唑环菌胺进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.180.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。

氟唑环菌胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.180.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：磷酸溶液）=75：25。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装Inertsil ODS-3、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：35  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：220 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：101 mg/L~2034 mg/L。

保留时间：氟唑环菌胺反式体约8.2 min，氟唑环菌胺顺式体约9.9 min。

### 6.181 氟唑磺隆（flucarbazone-Na）

#### 6.181.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以Inertsil ODS-3为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长223 nm下对试样中的氟唑磺隆进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.181.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

甲醇：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。

氟唑磺隆标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.181.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=60：40。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装Inertsil ODS-3、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：35  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：223 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：1000 mg/L，线性范围：200 mg/L~3020 mg/L。

保留时间：氟唑磺隆约6.6 min。

### 6.182 氟唑菌苯胺（sulfluramid）

#### 6.182.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以XTerra MS C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长240 nm下对试样中的氟唑菌苯胺进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。



### 6.182.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1:1000。

氟唑菌苯胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.182.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=65:35。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装XTerra MS C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C ± 2 °C。

检测波长：240 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：49 mg/L~994 mg/L。

保留时间：氟唑菌苯胺约6.7 min。

## 6.183 氟唑菌酰胺 (fluxapyroxad)

### 6.183.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以Acclaim 120 C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长230 nm下对试样中的氟唑菌酰胺进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.183.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

氟唑菌酰胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.183.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：水）=65:35。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装Acclaim 120 C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：35 °C ± 2 °C。

检测波长：230 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：200 mg/L，线性范围：20 mg/L~601 mg/L。

保留时间：氟唑菌酰胺约13.9 min。

## 6.184 氟唑菌酰羟胺 (pyribenzoxim)

### 6.184.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以Diamonsil C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长210nm下对试样中的氟唑菌酰羟胺进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.184.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。

氟唑菌酰胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.184.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=70：30。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装Diamonsil C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.5 mL/min。

柱温：35 °C±2 °C。

检测波长：210 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：237 mg/L，线性范围：47 mg/L~951 mg/L。

保留时间：氟唑菌酰胺约7.8 min。

#### 6.185 福美双（thiram）

按HG/T 3757进行。

#### 6.186 腐霉利（procymidone）

##### 6.186.1 方法提要

试样用流动相溶解，以乙腈+水为流动相，使用以ZORBAX Extend-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长225 nm下对试样中的腐霉利进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.186.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

腐霉利标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.186.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：水）=60：40。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX Extend-C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于2 °C）。

检测波长：225 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：156 mg/L~1280 mg/L。

保留时间：腐霉利约9.6 min。

#### 6.187 复硝酚钠（sodium nitrophenolate）

##### 6.187.1 方法提要

试样用流动相溶解，以甲醇+磷酸溶液为流动相，使用以Inertsil ODS-3为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长210 nm下对试样中的5-硝基邻甲氧基苯酚钠、对硝基苯酚钠、邻硝基苯酚钠进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注1：复硝酚钠由5-硝基邻甲氧基苯酚钠、对硝基苯酚钠、邻硝基苯酚钠三个成分组成，复硝酚钠含量为三个组分含量之和。

注2：复硝酚钠中钠离子质量分数测定参考GB/T 20686进行，操作条件适当调整；甲基磺酸溶液： $c=20\text{ mmol/L}$ ，进样体积： $25\text{ }\mu\text{L}$ ，有效成分推荐浓度： $10\text{ mg/L}$ ，线性范围： $1\text{ mg/L}\sim 48\text{ mg/L}$ 。

### 6.187.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）= $1.5:1000$ 。

5-硝基邻甲氧基苯酚钠标样：已知质量分数， $\omega\geq 98.0\%$ 。

对硝基苯酚钠标样：已知质量分数， $\omega\geq 98.0\%$ 。

邻硝基苯酚钠标样：已知质量分数， $\omega\geq 98.0\%$ 。

### 6.187.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：磷酸溶液）= $55:45$ 。

色谱柱： $250\text{ mm}\times 4.6\text{ mm}$ （i.d.）不锈钢柱，内装Inertsil ODS-3、 $5\text{ }\mu\text{m}$ 填充物。

流速： $1.0\text{ mL/min}$ 。

柱温： $30\text{ }^\circ\text{C}\pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 。

检测波长： $210\text{ nm}$ 。

进样体积： $10\text{ }\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：5-硝基邻甲氧基苯酚钠： $40\text{ mg/L}$ ，线性范围： $7\text{ mg/L}\sim 61\text{ mg/L}$ ；

对硝基苯酚钠： $180\text{ mg/L}$ ，线性范围： $37\text{ mg/L}\sim 302\text{ mg/L}$ ；

邻硝基苯酚钠： $80\text{ mg/L}$ ，线性范围： $15\text{ mg/L}\sim 121\text{ mg/L}$ 。

保留时间：5-硝基邻甲氧基苯酚约 $7.4\text{ min}$ ，对硝基苯酚约 $8.2\text{ min}$ ，邻硝基苯酚约 $12.4\text{ min}$ 。

### 6.188 高效反式氯氰菊酯（theta-cypermethrin）

参考HG/T 3629进行。

### 6.189 高效氟吡甲禾灵（haloxyfop-P-methyl）

按GB/T 34157进行。

### 6.190 高效氟氯氰菊酯（beta-cyfluthrin）

按HG/T 4928进行。

### 6.191 高效氯氟氰菊酯（lambda-cyhalothrin）

按GB/T 20695进行。

### 6.192 高效氯氰菊酯（beta-cypermethrin）

按HG/T 3629进行。

## 6.193 咯菌腈 (fludioxonil)

按NY/T 3587进行。

## 6.194 硅噻菌胺 (silthiopham)

### 6.194.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以Inertsil ODS-3为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长245 nm下对试样中的硅噻菌胺进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.194.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

硅噻菌胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.194.3 操作条件

流动相： $\psi$  (甲醇 : 水) = 80 : 20。

色谱柱：250 mm × 4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装Inertsil ODS-3、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：245 nm。

进样体积：10  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：400 mg/L，线性范围：78 mg/L ~ 630 mg/L。

保留时间：硅噻菌胺约7.7 min。

## 6.195 琥胶肥酸铜 (copper (succinate+glutarate+adipate))

### 6.195.1 方法提要

试样用流动相溶解，以甲醇+磷酸二氢钾溶液为流动相，使用以Ultimate LP-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长210 nm下对试样中的丁二酸、戊二酸、己二酸进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注1：琥胶肥酸铜由丁二酸铜、戊二酸铜、己二酸铜三个成分组成，琥胶肥酸铜含量为三个组分含量之和。

注2：琥胶肥酸铜中铜离子质量分数测定按附录 B 进行。

### 6.195.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸二氢钾。

丁二酸标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

戊二酸标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

己二酸标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.195.3 操作条件

流动相：称取0.27 g（精确至0.001 g）磷酸二氢钾，溶于1000 mL水中，用磷酸调pH至2.3，再加入42 mL甲醇，混合均匀。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装Ultimate LP-C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：35 °C±2 °C。

检测波长：210 nm。

进样体积：10 μL。

有效成分推荐浓度：根据试样中丁二酸铜、戊二酸铜和己二酸铜的实际比例，制备合适浓度的标样和试样溶液；丁二酸、戊二酸和己二酸的线性范围：220 mg/L~5000 mg/L。

保留时间：丁二酸约7.3 min，戊二酸约13.7 min，己二酸约36.4 min。

## 6.196 环吡氟草酮（cypirafluone）

### 6.196.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以Inertsil ODS-3为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长270nm下对试样中的环吡氟草酮进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.196.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1.5：1000。

环吡氟草酮标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.196.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=50：50。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装Inertsil ODS-3、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C±2 °C。

检测波长：270 nm。

进样体积：10 μL。

有效成分推荐浓度：400 mg/L，线性范围：81 mg/L~651 mg/L。

保留时间：环吡氟草酮约6.7 min。

## 6.197 环丙唑醇（cyproconazole）

### 6.197.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以乙腈+甲醇+水为流动相，使用以ZORBAX Rx C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长220 nm下对试样中的环丙唑醇进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注：本方法参考CIPAC 600/TC/M。

### 6.197.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

甲醇：色谱纯。

水。

环丙唑醇标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.197.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：甲醇：水）=35：10：55。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX Rx C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.5 mL/min。

柱温：20 °C~35 °C。

检测波长：220 nm。

进样体积：10 μL。

有效成分推荐浓度：1000 mg/L。

保留时间：环丙唑醇非对映体B约14.0 min，环丙唑醇非对映体A约15.0 min。

## 6.198 环虫酰肼（chromafenozide）

### 6.198.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相，使用以Inertsil ODS-3为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长204 nm下对试样中的环虫酰肼进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.198.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

环虫酰肼标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.198.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：水）=70：30。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装Inertsil ODS-3、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C±2 °C。

检测波长：204 nm。

进样体积：10 μL。

有效成分推荐浓度：400 mg/L，线性范围：83 mg/L~606 mg/L。

保留时间：环虫酰肼约7.6 min。

## 6.199 环氟菌胺（cyflufenamid）

### 6.199.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+磷酸溶液为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长240 nm下对试样中的环氟菌胺进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.199.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。

环氟菌胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.199.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：磷酸溶液）=70：30。

色谱柱：150 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C±2 °C。

检测波长：240 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：288 mg/L~786 mg/L。

保留时间：环氟菌胺约10.2 min。

### 6.200 环嗪酮（hexazinone）

按HG/T 5423进行。

### 6.201 环戊噁草酮（pentoxazone）

#### 6.201.1 方法提要

试样用流动相溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长248 nm下对试样中的环戊噁草酮进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.201.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。

环戊噁草酮标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.201.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=70：30。

色谱柱：150 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C±2 °C。

检测波长：248 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：100 mg/L，线性范围：34 mg/L~129 mg/L。

保留时间：环戊噁草酮约7.6 min。

### 6.202 环氧虫啉（cyclozaprid）

#### 6.202.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+缓冲溶液为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长340 nm下对试样中的环氧虫啉进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.202.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

冰乙酸。

乙酸铵。

冰乙酸溶液： $\Psi$ （冰乙酸：水）=50：50。

缓冲溶液：称取1.54 g（精确至0.001 g）乙酸铵，溶于1000 mL水中，用冰乙酸溶液调pH至7.0。

环氧虫啉标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.202.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：缓冲溶液）=20：80。

色谱柱：150 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C±2 °C。

检测波长：340 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：200 mg/L，线性范围：79 mg/L~392 mg/L。

保留时间：环氧虫啉约4.6 min。

### 6.203 环酯草醚（pyrifthalid）

#### 6.203.1 方法提要

试样用流动相溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长240 nm下对试样中的环酯草醚进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.203.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。

环酯草醚标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.203.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=55：45。

色谱柱：150 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C±2 °C。

检测波长：240 nm。

进样体积：2 μL。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：229 mg/L~839 mg/L。

保留时间：环酯草醚约5.8 min。

### 6.204 磺草酮（sulcotrione）



### 6.204.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长284 nm下对试样中的磺草酮进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.204.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

乙腈：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。

磺草酮标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.204.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=40：60。

色谱柱：150 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：284 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：192 mg/L~962 mg/L。

保留时间：磺草酮约5.4 min。

## 6.205 混灭威（dimethacarb）

### 6.205.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长264 nm下对试样中的混灭威进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注：混灭威由灭杀威、灭除威两个成分组成，混灭威含量为两个组分含量之和。

### 6.205.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

混灭威标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.205.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：水）=30：70。

色谱柱：150 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：264 nm。

进样体积：10  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：2000 mg/L，线性范围：953 mg/L~3059 mg/L。

保留时间：灭杀威约13.3 min，灭除威约14.6 min。

## 6.206 己唑醇 (hexaconazole)

### 6.206.1 方法提要

试样用流动相溶解，以甲醇+水为流动相，使用以ZORBAX Extend-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长230 nm下对试样中的己唑醇进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.206.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

己唑醇标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.206.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：水）=75：25。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX Extend-C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.2 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于2℃）。

检测波长：230 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：200 mg/L，线性范围：103 mg/L~1816 mg/L。

保留时间：己唑醇约11.0 min。

## 6.207 甲氨基阿维菌素 (abamectin-aminomethyl)

按GB/T 20693进行。

## 6.208 甲氨基阿维菌素苯甲酸盐 (emamectin benzoate)

按GB/T 20693进行。

## 6.209 甲胺磷 (methamidophos)

### 6.209.1 方法提要

试样用水溶解，以乙腈+水为流动相，使用以LiChrospher 100 RP-8为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长210 nm下对试样中的甲胺磷进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注：本方法参考CIPAC 355/TC/M。

### 6.209.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

甲胺磷标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.209.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：水）=6：94。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装LiChrospher 100 RP-8、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.5 mL/min。

柱温：35 °C ± 2 °C。  
 检测波长：210 nm。  
 进样体积：20 μL。  
 有效成分推荐浓度：2500 mg/L。  
 保留时间：甲胺磷约3.2 min。

## 6.210 甲磺草胺 (sulfentrazone)

### 6.210.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长230 nm下对试样中的甲磺草胺进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.210.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。  
 水。  
 磷酸。  
 磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。  
 甲磺草胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.210.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=60：40。  
 色谱柱：150 mm × 4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5 μm填充物。  
 流速：0.8 mL/min。  
 柱温：30 °C ± 2 °C。  
 检测波长：230 nm。  
 进样体积：5 μL。  
 有效成分推荐浓度：80 mg/L，线性范围：42 mg/L ~ 117 mg/L。  
 保留时间：甲磺草胺约3.1 min。

## 6.211 甲磺隆 (metsulfuron-methyl)

参考GB/T 20683进行。

## 6.212 甲基吡啶磷 (azamethiphos)

### 6.212.1 方法提要

试样用流动相溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长294 nm下对试样中的甲基吡啶磷进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.212.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。  
 水。  
 磷酸。  
 磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。  
 甲基吡啶磷标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.212.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=35：65。

色谱柱：150 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C±2 °C。

检测波长：294 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：1000 mg/L，线性范围：20 mg/L~1992 mg/L。

保留时间：甲基吡噁磷约5.9 min。

### 6.213 甲基磺隆钠盐（iodosulfuron-methyl-sodium）

#### 6.213.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长226 nm下对试样中的甲基磺隆进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注：甲基磺隆钠盐中钠离子质量分数测定参考GB/T 20686进行，操作条件适当调整；进样体积：25 μL。

#### 6.213.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

乙腈：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。

甲基磺隆钠盐标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.213.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=45：55。

色谱柱：150 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C±2 °C。

检测波长：226 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：100 mg/L，线性范围：33 mg/L~186 mg/L。

保留时间：甲基磺隆约7.4 min。

### 6.214 甲基二磺隆（mesosulfuron-methyl）

#### 6.214.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长236 nm下对试样中的甲基二磺隆进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.214.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。

甲基二磺隆标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.214.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=40：60。

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C ± 2 °C。

检测波长：236 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：1000 mg/L，线性范围：258 mg/L~1383 mg/L。

保留时间：甲基二磺隆约6.6 min。

## 6.215 甲基立枯磷 (tolclofos-methyl)

### 6.215.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以TC-C<sub>18</sub>（2）为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长205 nm下对试样中的甲基立枯磷进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.215.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

磷酸。

水。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=5：1000。

甲基立枯磷标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.215.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=70：30。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装TC-C<sub>18</sub>（2）、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：25 °C ± 2 °C。

检测波长：205 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：200 mg/L，线性范围：53 mg/L~428 mg/L。

保留时间：甲基立枯磷约10.4 min。

## 6.216 甲基硫环磷 (phosfolan-methyl)

### 6.216.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以TC-C<sub>18</sub>（2）为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长254 nm下对试样中的甲基硫环磷进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.216.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

甲基硫环磷标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.216.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：水）=40：60。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装TC-C<sub>18</sub> (2)、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C±2 °C。

检测波长：254 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：200 mg/L，线性范围：48 mg/L~778 mg/L。

保留时间：甲基硫环磷约5.2 min。

### 6.217 甲基硫菌灵 (thiophanate-methyl)

按GB/T 24755进行。

### 6.218 甲咪唑烟酸 (imazapic)

#### 6.218.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以TC-C<sub>18</sub> (2)为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长254 nm下对试样中的甲咪唑烟酸进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.218.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=5：1000。

甲咪唑烟酸标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.218.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=40：60。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装TC-C<sub>18</sub> (2)、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C±2 °C。

检测波长：254 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：200 mg/L，线性范围：102 mg/L~512 mg/L。

保留时间：甲咪唑烟酸约4.3 min。

### 6.219 甲嘧磺隆 (sulfometuron-methyl)

#### 6.219.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，苯甲酰胺为内标物，使用以YMC ODS-AQ为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长234 nm下对试样中的甲嘧磺隆进行反相高效液相色谱分离，内标法定量。

注：本方法参考CIPAC 610/TC/M。

### 6.219.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

甲醇：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液：用磷酸将水的pH调至3.0。

内标物：苯甲酰胺，应没有干扰分析的杂质。

内标溶液：称取5 g（精确至0.01 g）苯甲酰胺，置于500 mL容量瓶中，用乙腈溶解并稀释至刻度，摇匀。

甲嘧磺隆标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.219.3 操作条件

流动相： $\psi$ （乙腈：磷酸溶液）=40：60。

色谱柱：150 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装YMC ODS-AQ、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.5 mL/min。

柱温：40  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：234 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：750 mg/L。

保留时间：甲嘧磺隆约4.7 min，苯甲酰胺约6.9 min。

### 6.219.4 溶液的制备

#### 6.219.4.1 标样溶液的制备

称取0.075 g（精确至0.000 1 g）甲嘧磺隆标样，置于100 mL容量瓶中，用移液管移入10 mL内标溶液，用乙腈稀释至刻度，超声波振荡15 min，冷却至室温，摇匀。

#### 6.219.4.2 试样溶液的制备

称取含0.075 g（精确至0.000 1 g）甲嘧磺隆的试样，置于100 mL容量瓶中，用与6.219.4.1同一支移液管移入10 mL内标溶液，用乙腈稀释至刻度，超声波振荡15 min，冷却至室温，摇匀，过滤。

### 6.220 甲萘威（carbaryl）

#### 6.220.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长280 nm下对试样中的甲萘威进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注：本方法参考CIPAC 26/TC/M2。

#### 6.220.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

甲萘威标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.220.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：水）=45：55。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.5 mL/min。

柱温：40 °C±2 °C。

检测波长：280 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：500 mg/L。

保留时间：甲萘威约5.0 min。

### 6.221 甲噻诱胺 (methiadinil)

#### 6.221.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以HC-C<sub>18</sub>（2）为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长340 nm下对试样中的甲噻诱胺进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.221.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。

甲噻诱胺：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.221.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=70：30。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装HC-C<sub>18</sub>（2）、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C±2 °C。

检测波长：340 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：200 mg/L，线性范围：52 mg/L~417 mg/L。

保留时间：甲噻诱胺约3.4 min。

### 6.222 甲羧除草醚 (bifenox)

#### 6.222.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+冰乙酸溶液为流动相，苯甲酮为内标物，使用以Lichrospher C<sub>8</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长280 nm下对试样中的甲羧除草醚进行反相高效液相色谱分离，内标法定量。

注：本方法参考CIPAC 413/TC/M。



### 6.222.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

冰乙酸。

冰乙酸溶液： $\Psi$ （冰乙酸：水）=1：1000。

内标物：苯甲酮，应没有干扰分析的杂质。

内标溶液：称取0.3 g（精确至0.01 g）苯甲酮，置于100 mL容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀。

甲羧除草醚标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.222.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：冰乙酸溶液）=62：38。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装Lichrospher C<sub>8</sub>、5 μm填充物。

流速：1.5 mL/min。

柱温：40 °C±2 °C。

检测波长：280 nm。

进样体积：10 μL。

有效成分推荐浓度：2666 mg/L。

保留时间：苯甲酮约8.2 min，甲羧除草醚约20.2 min。

### 6.222.4 溶液的制备

#### 6.222.4.1 标样溶液的制备

称取0.08 g（精确至0.000 1 g）甲羧除草醚标样，置于100 mL锥形瓶中，用移液管移入10 mL内标溶液，再加入20 mL甲醇，超声波振荡5 min，冷却至室温，摇匀。

#### 6.222.4.2 试样溶液的制备

称取含0.08 g（精确至0.000 1 g）甲羧除草醚的试样，置于100 mL锥形瓶中，用与6.222.4.1同一支移液管移入10 mL内标溶液，再加入20 mL甲醇，超声波振荡5 min，冷却至室温，摇匀，过滤。

## 6.223 甲酰氨基嘧磺隆（foramsulfuron）

### 6.223.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+磷酸溶液为流动相，使用以TC-C<sub>18</sub>（2）为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长232 nm下对试样中的甲酰氨基嘧磺隆进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.223.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=5：1000。

甲酰氨基嘧磺隆标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.223.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：磷酸溶液）=50:50。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装TC-C<sub>18</sub>（2）、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C±2 °C。

检测波长：232 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：200 mg/L，线性范围：51 mg/L~614 mg/L。

保留时间：甲酰氨基嘧磺隆约13.0 min。

## 6.224 甲氧虫酰肼（methoxyfenozide）

### 6.224.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以TC-C<sub>18</sub>（2）为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长230 nm下对试样中的甲氧虫酰肼进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.224.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=5:1000。

甲氧虫酰肼标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.224.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=80:20。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装TC-C<sub>18</sub>（2）、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C±2 °C。

检测波长：230 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：200 mg/L，线性范围：10 mg/L~400 mg/L。

保留时间：甲氧虫酰肼约4.3 min。

## 6.225 甲氧咪草烟（imazamox）

### 6.225.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以TC-C<sub>18</sub>（2）为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在240 nm波长下对试样中的甲氧咪草烟进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.225.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1:1000。

甲氧咪草烟标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.225.3 操作条件

流动相： $\psi$ （乙腈：磷酸溶液）=30：70。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装TC-C<sub>18</sub>（2）、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}$ C  $\pm$ 2  $^{\circ}$ C。

检测波长：240 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：200 mg/L，线性范围：19 mg/L~397 mg/L。

保留时间：甲氧咪草烟约5.6 min。

### 6.226 腈吡蚜酯（cyenopyrafen）

#### 6.226.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相，使用以TC-C<sub>18</sub>（2）为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长280 nm下对试样中的腈吡蚜酯进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.226.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

腈吡蚜酯标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.226.3 操作条件

流动相： $\psi$ （乙腈：水）=90：10。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装TC-C<sub>18</sub>（2）、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}$ C  $\pm$ 2  $^{\circ}$ C。

检测波长：280 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：200 mg/L，线性范围：100 mg/L~502 mg/L。

保留时间：腈吡蚜酯约6.5 min。

### 6.227 腈菌唑（myclobutanil）

按HG/T 3764进行。

### 6.228 精苯霜灵（benalaxyl-M）

#### 6.228.1 苯霜灵质量分数的测定

##### 6.228.1.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相，使用以TC-C<sub>18</sub>（2）为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长200 nm下对试样中的苯霜灵进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.228.1.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

苯霜灵标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.228.1.3 操作条件

流动相： $\psi$ （乙腈：水）=60：40。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装TC-C<sub>18</sub>（2）、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：200 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：100 mg/L，线性范围：20 mg/L~199 mg/L。

保留时间：苯霜灵约13.0 min。

### 6.228.2 精苯霜灵比例的测定

#### 6.228.2.1 方法提要

试样用流动相溶解，以正己烷+异丙醇为流动相，使用以CHIRALPAK IA的不锈钢柱和紫外检测器，在波长206 nm下对试样中的精苯霜灵进行正相高效液相色谱手性分离和测定，外标法定量。

#### 6.228.2.2 试剂和溶液

正己烷：色谱纯。

异丙醇：色谱纯。

苯霜灵消旋体标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.228.2.3 操作条件

流动相： $\psi$ （正己烷：异丙醇）=85：15。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装CHIRALPAK IA、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：206 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

保留时间：苯霜灵S-对映体约5.6 min，精苯霜灵约6.9 min。

### 6.229 精吡氟禾草灵（fluzifop-P-butyl）

按GB/T 34760进行。

### 6.230 精草铵磷（glufosinate-p）

#### 6.230.1 草铵磷质量分数的测定

##### 6.230.1.1 方法提要

试样用流动相溶解，以乙腈+硫酸铜溶液为流动相，使用HC-C<sub>18</sub>（2）为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长254 nm下对试样中的草铵磷进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.230.1.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

硫酸铜。

草铵膦标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.230.1.3 操作条件

流动相：称取0.5 g（精确至0.01 g）硫酸铜，溶于1000 mL水中，加入3 mL乙腈，混合均匀。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装HC-C<sub>18</sub>（2）、5 μm填充物。

流速：0.7 mL/min。

柱温：30 °C±2 °C。

检测波长：254 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：400 mg/L，线性范围：96 mg/L~967 mg/L。

保留时间：草铵膦约3.8 min。

### 6.230.2 精草铵膦比例的测定

#### 6.230.2.1 方法提要

试样用流动相溶解，以高氯酸溶液为流动相，使用以CROWNPAK CR（+）为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长210 nm下对试样中的精草铵膦进行反相高效液相色谱手性分离和测定。

#### 6.230.2.2 试剂和溶液

高氯酸。

水。

高氯酸溶液：用高氯酸将水的pH调至1.0。

草铵膦消旋体标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.230.2.3 操作条件

流动相：高氯酸溶液。

色谱柱：150 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装CROWNPAK CR（+）、5 μm填充物。

流速：0.3 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于2°C）。

检测波长：210 nm。

进样体积：20 μL。

保留时间：*D*-草铵膦约4.8 min，精草铵膦约6.5 min。

### 6.231 精噁唑禾草灵（fenoxaprop-P-ethyl）

按GB/T 22616进行。

### 6.232 精高效氯氟氰菊酯（gamma cyhalothrin）

#### 6.232.1 方法提要

试样用异丙醇溶解，以正己烷+异丙醇为流动相，使用以CHIRALCEL OD-H为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长225 nm下对试样中的精高效氯氟氰菊酯进行正相高效液相色谱手性分离，外标法定量。

#### 6.232.2 试剂和溶液

正己烷：色谱纯。

异丙醇：色谱纯。

精高效氯氟氰菊酯标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.232.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （正己烷：异丙醇）=98：2。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装CHIRALCEL OD-H、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.5 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：225 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：247 mg/L~742 mg/L。

保留时间：精高效氯氟氰菊酯约6.5 min。

#### 6.233 精甲霜灵（metalaxyl-M）

##### 6.233.1 甲霜灵质量分数的测定

###### 6.233.1.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以ZORBAX Eclipse XDB-C<sub>8</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长215 nm下对试样中的甲霜灵进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

###### 6.233.1.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=0.08：1000。

甲霜灵标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

###### 6.233.1.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=40：60。

色谱柱：150 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX Eclipse XDB-C<sub>8</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：25  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：215 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：1000 mg/L，线性范围：398 mg/L~1826 mg/L。

保留时间：甲霜灵约6.5 min。

## 6.233.2 精甲霜灵比例的测定

### 6.233.2.1 方法提要

试样用流动相溶解，以正己烷+异丙醇为流动相，使用以CHIRALCEL OD-H为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长215nm下对试样中的精甲霜灵进行正相高效液相色谱手性分离和测定。

### 6.233.2.2 试剂和溶液

正己烷：色谱纯。

异丙醇：色谱纯。

精甲霜灵标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.233.2.3 操作条件

流动相： $\psi$ （正己烷：异丙醇）=50：50。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装CHIRALCEL OD-H、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：25  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：215 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

保留时间：甲霜灵S-对映体约5.4 min，精甲霜灵约10.4 min。

## 6.234 精噻禾灵 (quizalofop-P-ethyl)

按NY/T 3594进行。

## 6.235 精异丙甲草胺 (s-metolachlor)

按HG/T 5425进行。

## 6.236 井冈霉素 (jingangmycin)

按GB/T 34155进行。

## 6.237 井冈霉素 A (jingangmycin A)

按GB/T 34155进行。

## 6.238 久效磷 (monocrotophos)

### 6.238.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以乙腈+甲醇+水为流动相，使用以Lichrosorb RP-18为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长230 nm下对试样中的久效磷进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注：本方法参考CIPAC 287/TC/M。

### 6.238.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

甲醇：色谱纯。

水。

久效磷：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.238.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：甲醇：水）=10：10：80。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装Lichrosorb RP-18、10  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.5 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于2  $^{\circ}\text{C}$ ）。

检测波长：230 nm。

进样体积：10  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：1000 mg/L。

保留时间：久效磷约5.8 min。

### 6.239 抗倒酯 (trinexapac-ethyl)

#### 6.239.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+冰乙酸溶液为流动相，使用以ZORBAX Eclipse XDB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长258 nm下对试样中的抗倒酯进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.239.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

冰乙酸。

冰乙酸溶液： $\Psi$ （冰乙酸：水）=1：1000。

抗倒酯标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.239.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：冰乙酸溶液）=50：50。

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX Eclipse XDB-C<sub>18</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：25  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：258 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：400 mg/L，线性范围：159 mg/L~615 mg/L。

保留时间：抗倒酯约5.2 min。

### 6.240 克百威 (carbofuran)

按HG 3621进行。

### 6.241 苦参碱 (matrine)

按HG/T 5446进行。

### 6.242 苦皮藤素 (celastrus angulatus)

#### 6.242.1 方法提要



试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以ZORBAX Eclipse XDB-C<sub>8</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长230 nm下对试样中的苦皮藤素进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.242.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

苦皮藤素标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.242.3 操作条件

流动相：梯度洗脱条件如下。

时间/min	甲醇/% (V/V)	水/% (V/V)
0.0	55	45
15.0	70	30
25.0	83	17

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX Eclipse XDB-C<sub>8</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C ± 2 °C。

检测波长：230 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：119 mg/L~1580 mg/L。

保留时间：苦皮藤素约21.1 min。

#### 6.243 喹草酸 (quinmerac)

##### 6.243.1 方法提要

试样用四氢呋喃+硫酸溶液溶解、乙腈+水稀释，以乙腈+水+硫酸溶液为流动相，使用以Nucleosil C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长241 nm下对试样中的喹草酸进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注：本方法参考CIPAC 563/TC/M。

##### 6.243.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

四氢呋喃：色谱纯。

水。

硫酸。

硫酸溶液： $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0.5 \text{ mol/L}$ 。

喹草酸标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.243.3 操作条件

流动相： $\Psi$  (乙腈 : 水 : 硫酸溶液) = 15 : 85 : 0.5。

色谱柱：125 mm×4 mm或4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装Nucleosil C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.5 mL/min。

柱温：室温 (温度变化应不大于 2 °C)。

检测波长：241 nm。

进样体积：10  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：50 mg/L。

保留时间：喹草酸约3.0~4.0 min。

#### 6.243.4 溶液的制备

##### 6.243.4.1 标样溶液的制备

称取0.05 g（精确至0.000 1 g）喹草酸标样，置于100 mL容量瓶中，加入5 mL硫酸溶液和40 mL四氢呋喃，超声波振荡15 min，冷却至室温，用四氢呋喃稀释至刻度，摇匀。用移液管移取5 mL上述溶液，置于50 mL容量瓶中，加入10 mL乙腈，用水稀释至刻度，摇匀。

##### 6.243.4.2 试样溶液的制备

称取含0.05 g（精确至0.000 1 g）喹草酸的试样，置于100 mL容量瓶中，加入5 mL硫酸溶液和40 mL四氢呋喃，超声波振荡15 min，冷却至室温，用四氢呋喃稀释至刻度，摇匀。用移液管移取5 mL上述溶液，置于50 mL容量瓶中，加入10 mL乙腈，用水稀释至刻度，摇匀，过滤。

#### 6.244 喹禾糠酯（quinalofop-P-tefuryl）

##### 6.244.1 方法提要

试样用乙醇溶解，以甲醇+乙醇为流动相，使用以CHIRALCEL AY-H为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长235 nm下对试样中的喹禾糠酯进行正相高效液相色谱手性分离，外标法定量。

##### 6.244.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

乙醇：色谱纯。

喹禾糠酯标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.244.3 操作条件

流动相： $\psi$ （甲醇：乙醇）=25：75。

色谱柱：250 mm $\times$ 4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装CHIRALCEL AY-H、5  $\mu$ m填充物。

流速：0.8 mL/min。

柱温：40  $^{\circ}$ C $\pm$ 2  $^{\circ}$ C。

检测波长：235 nm。

进样体积：10  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：235 mg/L~746 mg/L。

保留时间：S-异构体约9.3 min、13.6 min，喹禾糠酯约10.3 min、18.5 min。

#### 6.245 喹啉铜（oxine-copper）

##### 6.245.1 方法提要

试样用二氯甲烷溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用Obelisc N柱子和紫外检测器，在波长263 nm下对试样中的喹啉铜进行反相高效液相色谱分离，以外标法定量。

##### 6.245.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

二氯甲烷：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=0.5：1000。

喹啉铜标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.245.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=60：40。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装Obelisc N、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：263 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：400 mg/L，线性范围：316 mg/L~472 mg/L。

保留时间：喹啉铜约15.4 min。

## 6.246 喹螨醚（fenazaquin）

### 6.246.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以乙腈+水为流动相，使用以ZORBAX RX-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长220 nm下对试样中的喹螨醚进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.246.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

甲醇：色谱纯。

水。

喹螨醚标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.246.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：水）=75：25。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX RX-C<sub>18</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.2 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：220 nm。

进样体积：10  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：100 mg/L，线性范围：79 mg/L~120 mg/L。

保留时间：喹螨醚约12.0 min。

## 6.247 狼毒素（neochamaejasmin）

### 6.247.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+冰乙酸溶液为流动相，使用以SunFire C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长220 nm下对试样中的狼毒素进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

## 6.247.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

冰乙酸。

冰乙酸溶液： $\Psi$ （冰乙酸：水）=5：1000。

狼毒素标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

## 6.247.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：冰乙酸溶液）=80：20。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装SunFire C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：25 °C±2 °C。

检测波长：220 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：1200 mg/L，线性范围：347 mg/L~2290 mg/L。

保留时间：狼毒素约4.9 min。

## 6.248 雷公藤甲素（triptolide）

### 6.248.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以乙腈+水为流动相，使用以AichromBond-AQ C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长225 nm下对试样中的雷公藤甲素进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注：制备雷公藤甲素母药和颗粒剂试样溶液时，因有效成分含量低、杂质干扰大，应严格按照6.248.4.2进行前处理。

### 6.248.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

甲醇：色谱纯。

乙酸乙酯：色谱纯。

水。

雷公藤甲素标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.248.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：水）=30：70。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装AichromBond-AQ C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C±2 °C。

检测波长：225 nm。

进样体积：20 μL。

有效成分推荐浓度：10 mg/L（母药）、1 mg/L（颗粒剂），线性范围：0.4 mg/L~49 mg/L。

保留时间：雷公藤甲素约17.4 min。

### 6.248.4 溶液的制备

#### 6.248.4.1 标样溶液的制备

称取0.01 g（精确至0.000 01 g）雷公藤甲素标样，置于50 mL容量瓶中，加入20 mL甲醇，超声波振荡3 min，冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀得标样母液。

准确移取1 mL标样母液，置于20 mL容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀得母药的标样溶液。

准确移取100  $\mu$ L标样母液，置于20 mL容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀得颗粒剂的标样溶液。

#### 6.248.4.2 试样溶液的制备

##### 6.248.4.2.1 母药

称取含50  $\mu$ g（精确至0.000 1 g）雷公藤甲素的母药，置于50 mL锥形瓶中，加入30 mL甲醇，超声波振荡20 min，抽滤，用甲醇重复洗涤滤饼至滤液几近无色，合并滤液。将滤液浓缩近干，冷却后，用3 mL甲醇分3次，将浓缩液转移至用甲醇湿法装好的中性氧化铝柱（3 g，直径1.0 cm），用30 mL甲醇洗脱，收集流出液和洗脱液，浓缩近干。用4 mL甲醇分4次，将浓缩液转移至5 mL容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀，过滤。

##### 6.248.4.2.2 颗粒剂

称取含5  $\mu$ g（精确至0.000 1 g）雷公藤甲素颗粒剂，置于玻璃坩埚中，在105  $^{\circ}$ C下干燥30 min，冷却至室温，将试样全部转移至50 mL锥形瓶中，加入30 mL甲醇，超声波振荡20 min，抽滤，用甲醇重复洗涤滤饼至滤液几近无色，合并滤液。将滤液浓缩近干，冷却后，用3 mL乙酸乙酯分3次，将浓缩液转移至用乙酸乙酯湿法装好的中性氧化铝柱（4 g，直径1.0 cm），用30 mL乙酸乙酯洗脱，收集流出液和洗脱液，浓缩近干。用4 mL甲醇分4次，将浓缩液转移至5 mL容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀，过滤。

#### 6.249 藜芦胺（veratramine）

##### 6.249.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以乙腈+氨水溶液为流动相，使用以ZORBAX Extend-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长220 nm下对试样中的藜芦胺进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.249.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

甲醇：色谱纯。

水。

氨水。

氨水溶液： $\Psi$ （氨水：水）=2：1000。

藜芦胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.249.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：氨水溶液）=50：50。

色谱柱：250 mm $\times$ 4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX Extend-C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：35  $^{\circ}$ C $\pm$ 2  $^{\circ}$ C。

检测波长：220 nm。

进样体积：10  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：200 mg/L，线性范围：39 mg/L $\sim$ 390 mg/L。

保留时间：藜芦胺约10.2 min。

## 6.250 利谷隆 (linuron)

### 6.250.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水溶液为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长250 nm下对试样中的利谷隆进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.250.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

利谷隆标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.250.3 操作条件

流动相： $\psi$ （甲醇：水）=65：35。

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：250 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：200 mg/L，线性范围：40 mg/L~402 mg/L。

保留时间：利谷隆约6.2 min。

## 6.251 联苯肼酯 (bifenazate)

### 6.251.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以甲醇+水为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长230 nm下对试样中的联苯肼酯进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.251.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

乙腈：色谱纯。

水。

联苯肼酯标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.251.3 操作条件

流动相： $\psi$ （甲醇：水）=75：25。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：230 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：250 mg/L，线性范围：100 mg/L~502 mg/L。

保留时间：联苯肼酯约6.1 min。

## 6.252 磷胺 (phosphamidon)

### 6.252.1 方法提要

试样用流动相溶解，以乙腈+甲醇+水+缓冲溶液为流动相，使用以Nucleosil C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长218 nm下对试样中的磷胺进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注：本方法参考CIPAC 110/TC/M。

### 6.252.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

甲醇：色谱纯。

水。

磷酸二氢钾。

磷酸氢二钠

缓冲溶液：称取适量磷酸二氢钾和磷酸氢二钠，溶于一定量的水中，配制成0.071 mol/L磷酸二氢钾和0.010 mol/L磷酸氢二钠溶液，混合均匀。

磷胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.252.3 操作条件

流动相： $\Psi$  (乙腈 : 甲醇 : 水 : 缓冲溶液) = 27 : 5 : 34 : 34。

色谱柱：250 mm × 4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装Nucleosil C<sub>18</sub>、10 μm填充物。

流速：2.0 mL/min。

柱温：室温 (温度变化应不大于 2 °C)。

检测波长：218 nm。

进样体积：10 μL。

有效成分推荐浓度：1200 mg/L。

保留时间：脱氯磷胺约3.6 min，磷胺约5.95 min，γ-氯磷胺约11.1 min。

## 6.253 硫丹 (endosulfan)

按GB 20685进行。

## 6.254 硫磺 (sulfur)

按NY/T 3596进行。

## 6.255 硫双威 (thiodicarb)

### 6.255.1 方法提要

试样用适量二氯甲烷溶解、甲醇稀释，以甲醇+水为流动相，使用以ZORBAX Extend-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长235 nm下对试样中的硫双威进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.255.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

二氯甲烷：色谱纯。

水。

硫双威标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.255.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：水）=55：45。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX Extend-C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于2℃）。

检测波长：235 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：200 mg/L，线性范围：111 mg/L~1014 mg/L。

保留时间：硫双威约9.4 min。

### 6.256 硫酸血根碱（sanguinarine Sulphate）

#### 6.256.1 方法提要

试样用稀释溶剂溶解，以乙腈+三氟乙酸溶液为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长275 nm下对试样中的硫酸血根碱进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注1：硫酸血根碱中硫酸根离子质量分数测定参考附录 N 进行

注2：由于硫酸血根碱标样难以获取，本方法使用盐酸血根碱标样进行质量分数测定，计算血根碱、硫酸血根碱质量分数时应考虑分子量换算系数。

#### 6.256.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

三氟乙酸。

三氟乙酸溶液： $\Psi$ （三氟乙酸：水）=0.5：1000。

稀释溶剂： $\Psi$ （乙腈：水）=50：50。

盐酸血根碱标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.256.3 操作条件

流动相：（乙腈：三氟乙酸溶液）=28：72。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30℃±2℃。

检测波长：275 nm。

进样体积：5 μL。

血根碱推荐浓度：100 mg/L，线性范围：20 mg/L~200 mg/L。

保留时间：血根碱约14.0 min。

### 6.257 螺虫乙酯（spirotetramat）

#### 6.257.1 方法提要



试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长240 nm下对试样中的螺虫乙酯进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.257.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

螺虫乙酯标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.257.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：水）=60：40。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：240 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：100 mg/L~1007 mg/L。

保留时间：螺虫乙酯约6.5 min。

#### 6.258 螺螨双酯（spirobudiclofen）

##### 6.258.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长245 nm下对试样中的螺螨双酯进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.258.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

螺螨双酯标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.258.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：水）=85：15。

色谱柱：150 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：245 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：102 mg/L~1026 mg/L。

保留时间：螺螨双酯约5.0 min。

#### 6.259 螺螨酯（spirodiclofen）

按HG/T 5431进行。

#### 6.260 绿麦隆（chlortoluron）

按GB/T 28134进行。

## 6.261 氯氨吡啶酸 (aminopyralid)

### 6.261.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+磷酸溶液为流动相，使用以ZORBAX Eclipse Plus C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长250 nm下对试样中的氯氨吡啶酸进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.261.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。

氯氨吡啶酸标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.261.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：磷酸溶液）=20：80。

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX Eclipse Plus C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}$ C  $\pm$  2  $^{\circ}$ C。

检测波长：250 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：100 mg/L~968 mg/L。

保留时间：氯氨吡啶酸约4.2 min。

## 6.262 氯吡嘧磺隆 (halosulfuron-methyl)

### 6.262.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以ZORBAX Eclipse Plus C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长240 nm下对试样中的氯吡嘧磺隆进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.262.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=0.5：1000。

氯吡嘧磺隆标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.262.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=55：45。

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX Eclipse Plus C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}$ C  $\pm$  2  $^{\circ}$ C。

检测波长：240 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：98 mg/L~986 mg/L。

保留时间：氯吡嘧磺隆约5.7 min。

## 6.263 氯吡脞 (forchlorfenuron)

### 6.263.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+磷酸溶液为流动相，使用以Shim-pack GIST-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长254 nm下对试样中的氯吡脞进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.263.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。

氯吡脞标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.263.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：磷酸溶液）=60：40。

色谱柱：150 mm $\times$ 4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装Shim-pack GIST-C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：25  $^{\circ}$ C  $\pm$  2  $^{\circ}$ C。

检测波长：254 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：100 mg/L，线性范围：20 mg/L~182 mg/L。

保留时间：氯吡脞约9.0 min。

## 6.264 氯丙嘧啶酸 (aminocyclopyrachlor)

### 6.264.1 方法提要

试样用稀释溶剂溶解，以甲醇+磷酸溶液为流动相，使用以Shim-pack GIST-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长310 nm下对试样中的氯丙嘧啶酸进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.264.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。

稀释溶剂： $\Psi$ （甲醇：水）=90：10。

氯丙嘧啶酸标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.264.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：磷酸溶液）=10：90。

色谱柱：250 mm $\times$ 4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装Shim-pack GIST-C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：40 °C ± 2 °C。

检测波长：310 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：1000 mg/L，线性范围：203 mg/L~2034 mg/L。

保留时间：氯丙嘧啶酸约7.4 min。

## 6.265 氯虫苯甲酰胺 (chlorantraniliprole)

### 6.265.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以Shim-pack GIST-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长220 nm下对试样中的氯虫苯甲酰胺进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注：制备氯虫苯甲酰胺微囊悬浮-悬浮剂试样溶液时，需加入定容体积十分之一左右的二甲基甲酰胺并超声波振荡10 min。

### 6.265.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\psi$ （磷酸：水）=1：1000。

氯虫苯甲酰胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.265.3 操作条件

流动相： $\psi$ （乙腈：磷酸溶液）=50：50。

色谱柱：250 mm × 4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装Shim-pack GIST-C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C ± 2 °C。

检测波长：220 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：102 mg/L~920 mg/L。

保留时间：氯虫苯甲酰胺约9.7 min。

## 6.266 氯啉菌酯 (triclopyricarb)

### 6.266.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以Shim-pack GIST-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长235 nm下对试样中的氯啉菌酯进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.266.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

氯啉菌酯标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.266.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：水）=80：20。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装Shim-pack GIST-C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：35  $^{\circ}$ C  $\pm$ 2  $^{\circ}$ C。

检测波长：235 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：400 mg/L，线性范围：86 mg/L~861 mg/L。

保留时间：氯啶菌酯约14.6 min。

## 6.267 氯氟吡啶酯（florpyrauxifen-benzyl）

### 6.267.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以乙腈+水为流动相，使用以Shim-pack GIST-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长245 nm下对试样中的氯氟吡啶酯进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.267.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

乙腈：色谱纯。

水。

氯氟吡啶酯标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.267.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：水）=65：35。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装Shim-pack GIST-C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：35  $^{\circ}$ C  $\pm$ 2  $^{\circ}$ C。

检测波长：245 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：193 mg/L~1034 mg/L。

保留时间：氯氟吡啶酯约14.6 min。

## 6.268 氯氟吡氧乙酸异辛酯（fluroxypyr-meptyl）

按GB/T 35672进行。

## 6.269 氯氟醚菊酯（meperfluthrin）

按HG/T 4575进行。

## 6.270 氯氟醚菌唑（theta-cypermethrin）

### 6.270.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相，使用以Inertsil ODS-3为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长230 nm下对试样中的氯氟醚菌唑进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.270.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

氯氟醚菌唑标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.270.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：水）=80：20。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装Inertsil ODS-3、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：230 nm。

进样体积：10  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：200 mg/L，线性范围：39 mg/L~317 mg/L。

保留时间：氯氟醚菌唑约5.0 min。

### 6.271 氯氟氰菊酯 (cyhalothrin)

#### 6.271.1 方法提要

试样用适量异丙醇和流动相溶解，以正己烷+乙酸乙酯为流动相，使用以HRC-SIL为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长278 nm下对试样中的氯氟氰菊酯进行正相高效液相色谱分离，外标法定量。

注：为了避免出现分层现象，在制备液体制剂试样溶液时，应先加入定容体积十分之一左右的异丙醇。

#### 6.271.2 试剂和溶液

正己烷：色谱纯。

异丙醇：色谱纯。

乙酸乙酯：色谱纯。

氯氟氰菊酯标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.271.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （正己烷：乙酸乙酯）=99.3：0.7。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装HRC-SIL、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：2.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：278 nm。

进样体积：20  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：310 mg/L~1551 mg/L。

保留时间：氯氟氰菊酯低效体约14.6 min、高效体约17.4 min。

### 6.272 氯化胆碱 (choline chloride)

#### 6.272.1 方法提要

试样用水溶解，以甲基磺酸溶液为淋洗液，使用Dionex IonPac CS12A阳离子分析柱和电导检测器，对试样中的胆碱离子进行离子色谱分离，外标法定量。

注：氯化胆碱中氯离子质量分数测定按附录C进行。

### 6.272.2 试剂和溶液

水。

甲基磺酸。

氯化胆碱标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.272.3 操作条件

淋洗液：甲基磺酸溶液， $c = 15.4 \text{ mmol/L}$ 。

色谱柱：250 mm×4.0 mm (i.d.) Dionex IonPac CS12A阳离子分析柱。

流速：1.0 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于 2 °C）。

电导池温度：室温（温度变化应不大于 2 °C）。

进样体积：10  $\mu\text{L}$ 。

胆碱离子推荐浓度：4.4 mg/L，线性范围：2.2 mg/L~6.6 mg/L。

保留时间：胆碱离子约10.9 min。

### 6.273 氯磺隆 (chlorsulfuron)

按GB/T 28127进行。

### 6.274 氯菊酯 (permethrin)

按HG/T 5244进行。

### 6.275 氯嘧磺隆 (chlorimuron-ethyl technical)

按HG/T 3717进行。

### 6.276 氯氰菊酯 (cypermethrin)

按HG/T 3627进行。

### 6.277 氯噻啉 (imidaclothiz)

#### 6.277.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以Shim-pack GIST-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长268 nm下对试样中的氯噻啉进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.277.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

氯噻啉标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.277.3 操作条件

流动相： $\psi$ （甲醇：水）=50：50。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装Shim-pack GIST-C<sub>18</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C  $\pm$  2 °C。

检测波长：268 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：99 mg/L~993 mg/L。

保留时间：氯噻啉约5.7 min。

## 6.278 氯酯磺草胺 (cloransulam-methyl)

### 6.278.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+冰乙酸溶液为流动相，使用以ZORBAX Extend-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长250 nm下对试样中的氯酯磺草胺进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.278.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

冰乙酸。

冰乙酸溶液： $\Psi$ （冰乙酸：水）=1：1000。

氯酯磺草胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.278.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：冰乙酸溶液）=60：40。

色谱柱：250 mm $\times$ 4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX Extend-C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}$ C $\pm$ 2  $^{\circ}$ C。

检测波长：250 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：49 mg/L~993 mg/L。

保留时间：氯酯磺草胺约4.5 min。

## 6.279 氯唑磷 (isazophos)

### 6.279.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以乙腈+水为流动相，使用以ZORBAX Extend-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长210 nm下对试样中的氯唑磷进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.279.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯；

乙腈：色谱纯。

水。

氯唑磷标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.279.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：水）=60：40。

色谱柱：250 mm $\times$ 4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX Extend-C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。



柱温：30 °C ± 2 °C。

检测波长：210 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：400 mg/L，线性范围：79 mg/L~1592 mg/L。

保留时间：氯唑磷约10.8 min。

#### 6.280 麦草畏 (dicamba)

按HG/T 4929进行。

#### 6.281 咪鲜胺 (prochloraz)

按GB/T 22623进行。

#### 6.282 咪鲜胺锰盐 (prochloraz-manganese chloride complex)

咪鲜胺锰盐中咪鲜胺质量分数测定按GB/T 22623进行。

注：咪鲜胺锰盐中锰离子质量分数测定按附录D进行。

#### 6.283 咪鲜胺铜盐 (prochloraz)

咪鲜胺铜盐中咪鲜胺质量分数测定按 GB/T 22623 进行。

注：咪鲜胺铜盐中铜离子质量分数测定参考附录B进行。

#### 6.284 咪唑啉啉酸 (imazaquin)

##### 6.284.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+磷酸溶液为流动相，使用以Inertisil ODS-SP为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长250 nm下对试样中的咪唑啉啉酸进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.284.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯；

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=2：1000。

咪唑啉啉酸标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.284.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：磷酸溶液）=60：40。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装Inertisil ODS-SP、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于2°C）。

检测波长：250 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：200 mg/L，线性范围：25 mg/L~405 mg/L。

保留时间：咪唑啉啉酸约9.5 min。

## 6.285 咪唑烟酸 (imazapyr)

### 6.285.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长254 nm下对试样中的咪唑烟酸进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.285.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=0.5：1000。

咪唑烟酸标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.285.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=30：70。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于2℃）。

检测波长：254 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：300 mg/L，线性范围：99 mg/L~501 mg/L。

保留时间：咪唑烟酸约4.9 min。

## 6.286 咪唑乙烟酸 (imazethapyr)

按HG/T 4810进行。

## 6.287 醚磺隆 (cinosulfuron)

### 6.287.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+冰乙酸溶液为流动相，使用以ZORBAX Extend-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长230 nm下对试样中的醚磺隆进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.287.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

冰乙酸。

冰乙酸溶液： $\Psi$ （冰乙酸：水）=1：1000。

醚磺隆标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.287.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：冰乙酸溶液）=50：50。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX Extend-C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于 2 °C）。

检测波长：230 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：200 mg/L，线性范围：25 mg/L~496 mg/L。

保留时间：醚磺隆约8.5 min。

#### 6.288 醚菌酯（kresoxim-methyl）

按HG/T 5232进行。

#### 6.289 嘧苯胺磺隆（orthosulfamuron）

##### 6.289.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+磷酸溶液为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长235 nm下对试样中的嘧苯胺磺隆进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.289.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。

嘧苯胺磺隆标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.289.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：磷酸溶液）=60：40。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C±2 °C。

检测波长：235 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：97 mg/L~2461 mg/L。

保留时间：嘧苯胺磺隆约9.8 min。

#### 6.290 嘧草醚（pyriminobac-methyl）

##### 6.290.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相，使用以Diamonsil C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长254 nm下对试样中的嘧草醚进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.290.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

嘧草醚标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.290.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：水）=65：35。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装Diamonsil C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：25 °C±2 °C。

检测波长：254 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：101 mg/L~2034 mg/L。

保留时间：嘧草醚约7.7 min。

## 6.291 嘧啶肟草醚（pyribenzoxim）

### 6.291.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长247 nm下对试样中的嘧啶肟草醚进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.291.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

嘧啶肟草醚标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.291.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：水）=70：30。

色谱柱：150 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于2 °C）。

检测波长：247 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：200 mg/L，线性范围：145 mg/L~1201 mg/L。

保留时间：嘧啶肟草醚约8.5 min。

## 6.292 嘧菌环胺（cyprodinil）

### 6.292.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+三氟乙酸溶液为流动相，使用以Nucleosil C<sub>18</sub>或Macherey-Nage为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长254 nm下对试样中的嘧菌环胺进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注：本方法参考CIPAC 511/TC/M。

### 6.292.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

三氟乙酸。

三氟乙酸溶液： $\Psi$ （三氟乙酸：水）=10：1000。

嘧菌环胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.292.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：三氟乙酸溶液）=40：60。

色谱柱：250 mm×4 mm（i.d.）不锈钢柱，内装Nucleosil C<sub>18</sub>或Macherey-Nagel、5 μm填充物。

流速：1.2 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于2℃）。

检测波长：254 nm。

进样体积：10 μL。

有效成分推荐浓度：100 mg/L。

保留时间：啞菌环胺约9.0 min。

### 6.293 啞菌酯（azoxystrobin）

按GB/T 32341进行。

### 6.294 啞霉胺（pyrimethanil）

按GB/T 29385进行。

### 6.295 棉隆（dazomet）

按NY/T 3573进行。

### 6.296 灭草松（bentazone）

按HG/T 4943进行。

### 6.297 灭多威（methomyl）

按GB 24752进行。

### 6.298 灭菌丹（folpet）

#### 6.298.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+磷酸溶液为流动相，使用以Diamonsil C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长220 nm下对试样中的灭菌丹进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.298.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=0.15：1000。

灭菌丹标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.298.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：磷酸溶液）=72：28。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装Diamonsil C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30℃±2℃。

检测波长：220 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：120 mg/L，线性范围：23 mg/L~467 mg/L。

保留时间：灭菌丹约7.8 min。

## 6.299 灭菌唑 (triticonazole)

### 6.299.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相，使用以Diamonsil C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长254 nm下对试样中的灭菌唑进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.299.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

灭菌唑标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.299.3 操作条件

流动相： $\psi$ （乙腈：水）=70：30。

色谱柱：250 mm $\times$ 4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装Diamonsil C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}$ C $\pm$ 2  $^{\circ}$ C。

检测波长：254 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：109 mg/L~2193 mg/L。

保留时间：灭菌唑约5.1 min。

## 6.300 灭蝇胺 (cyromazine)

### 6.300.1 方法提要

试样用甲醇溶解、流动相稀释，以甲醇+缓冲溶液为流动相，使用以Nucleosil C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长230 nm下对试样中的灭蝇胺进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注：本方法参考CIPAC 420/TC/M。

### 6.300.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

磷酸二氢钾。

磷酸氢二钠。

缓冲溶液：称取适量磷酸二氢钾和磷酸氢二钠，溶于一定量的水中，配制成0.028 mol/L磷酸二氢钾和0.041 mol/L磷酸氢二钠溶液，混合均匀；移取10 mL上述溶液，用水稀释至1000 mL，混合均匀。

灭蝇胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.300.3 操作条件

流动相： $\psi$ （甲醇：缓冲溶液）=40：60。

色谱柱：250 mm×4 mm（i.d.）不锈钢柱，内装Nucleosil C<sub>18</sub>、10 μm填充物。

流速：1.5 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于2℃）。

检测波长：230 nm。

进样体积：10 μL。

有效成分推荐浓度：50 mg/L。

保留时间：灭蝇胺约2.6 min。

#### 6.300.4 溶液的制备

##### 6.300.4.1 标样溶液的制备

称取0.1 g（精确至0.000 1 g）灭蝇胺标样，置于100 mL容量瓶中，加入80 mL甲醇，超声波振荡10 min，冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀。用移液管移取5 mL上述溶液，置于100 mL容量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀。

##### 6.300.4.2 试样溶液的制备

称取含0.1 g（精确至0.000 1 g）灭蝇胺的试样，置于100 mL容量瓶中，加入80 mL甲醇，超声波振荡10 min，冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀。用移液管移取5 mL上述溶液，置于100 mL容量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，过滤。

#### 6.301 灭幼脲（chlorbenzuron）

##### 6.301.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相，使用以Diamonsil C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长254 nm下对试样中的灭幼脲进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.301.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

灭幼脲标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.301.3 操作条件

流动相： $\psi$ （乙腈：水）=68：32。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装Diamonsil C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：25℃±2℃。

检测波长：254 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：400 mg/L，线性范围：100 mg/L~2007 mg/L。

保留时间：灭幼脲约8.1 min。

#### 6.302 萘乙酸（1-naphthyl acetic acid）

##### 6.302.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+磷酸溶液为流动相，使用以SilGreen C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长220 nm下对试样中的萘乙酸进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.302.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=0.5：1000。

萘乙酸标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.302.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：磷酸溶液）=52：48。

色谱柱：150 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装SilGreen C<sub>18</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：25  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：220 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：10 mg/L，线性范围：3 mg/L~57 mg/L。

保留时间：萘乙酸约10.8 min。

#### 6.303 哌虫啉

##### 6.303.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相，使用以Diamonsil C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长345nm下对试样中的哌虫啉进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.303.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

哌虫啉标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.303.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：水）=40：60。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装Diamonsil C<sub>18</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：25  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：345 nm。

进样体积：10  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：100 mg/L，线性范围：20 mg/L~403 mg/L。

保留时间：哌虫啉（含一对非对映体）约5.1 min、8.0 min。

#### 6.304 羟烯腺嘌呤（oxyadenine）

##### 6.304.1 方法提要



试样用稀释溶剂溶解，以甲醇+磷酸二氢钾溶液为流动相，使用以ZORBAX SB-Aq为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长270 nm下对试样中的羟烯腺嘌呤进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.304.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

磷酸二氢钾。

氢氧化钠。

氢氧化钠溶液： $c(\text{NaOH}) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

磷酸二氢钾溶液：称取1.36 g（精确至0.001 g）磷酸二氢钾，溶于1000 mL水中，用氢氧化钠溶液调pH至6.5，混合均匀。

稀释溶剂： $\Psi(\text{甲醇} : \text{水}) = 50 : 50$ 。

羟烯腺嘌呤标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.304.3 操作条件

流动相： $\Psi(\text{甲醇} : \text{磷酸二氢钾溶液}) = 35 : 65$ 。

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX SB-Aq、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：270 nm。

进样体积：50  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：0.4 mg/L，线性范围：0.1 mg/L~5.1 mg/L。

保留时间：羟烯腺嘌呤约12.5 min。

#### 6.304.4 溶液的制备

##### 6.304.4.1 标样溶液的制备

称取0.01 g（精确至0.000 01 g）羟烯腺嘌呤标样，置于250 mL容量瓶中，加入150 mL稀释溶剂，超声波振荡5 min，冷却至室温，用稀释溶剂稀释至刻度，摇匀。用移液管移取1 mL上述溶液，置于100 mL容量瓶中，用稀释溶剂稀释至刻度，摇匀。

##### 6.304.4.2 试样溶液的制备

###### 6.304.4.2.1 固体试样

称取含0.000 04 g（精确至0.000 1 g）羟烯腺嘌呤的试样，置于150 mL锥形瓶中，用移液管移取100 mL稀释溶剂，40  $^{\circ}\text{C}$ 水浴振荡20 min，冷却至室温，过滤。

###### 6.304.4.2.2 液体试样

称取含0.000 01 g（精确至0.000 1 g）羟烯腺嘌呤的试样，置于25 mL容量瓶中，用稀释溶剂稀释至刻度，摇匀，过滤。

#### 6.305 噻吡嘧磺隆 (metazosulfuron)

##### 6.305.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以ZORBAX Eclipse Plus C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长240 nm下对试样中的噻吡嘧磺隆进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.305.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。

噻吡嘧磺隆标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.305.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=50：50。

色谱柱：100 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX Eclipse Plus C<sub>18</sub>、3.5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：25  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：240 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：352 mg/L~654 mg/L。

保留时间：噻吡嘧磺隆约5.0 min。

#### 6.306 噻草酸甲酯（fluthiacet-methyl）

##### 6.306.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相，使用以ZORBAX Eclipse Plus C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长230 nm下对试样中的噻草酸甲酯进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.306.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

噻草酸甲酯标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.306.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：水）=45：55。

色谱柱：100 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX Eclipse Plus C<sub>18</sub>、3.5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：25  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：230 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：25 mg/L，线性范围：5 mg/L~102 mg/L。

保留时间：噻草酸甲酯约18.0 min。

#### 6.307 氰草津（cyanazine）

##### 6.307.1 方法提要

试样用二氯甲烷溶解，以二氯甲烷+异丙醇为流动相，使用以Lichrosorb-NH<sub>2</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长254 nm下对试样中的氰草津进行正相高效液相色谱分离，外标法定量。

注：本方法参考CIPAC 230/TC/M。

### 6.307.2 试剂和溶液

二氯甲烷：色谱纯。

异丙醇：色谱纯。

氰草津标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.307.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （二氯甲烷：异丙醇）=99:1。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装Lichrosorb-NH<sub>2</sub>、10  $\mu$ m填充物。

流速：1.2 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于2  $^{\circ}$ C）。

检测波长：254 nm。

进样体积：10  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：1000 mg/L。

保留时间：氰草津5.6 min。

### 6.308 氰氟草酯 (cyhalofop-butyl)

按HG/T 4813进行。

### 6.309 氰氟虫腙 (metaflumizone)

#### 6.309.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长284 nm下对试样中的氰氟虫腙进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.309.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=0.5:1000。

氰氟虫腙标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.309.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=70:30。

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}$ C  $\pm$  2  $^{\circ}$ C。

检测波长：284 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：297 mg/L~700 mg/L。

保留时间：氰氟虫腙Z体约5.7 min，氰氟虫腙E体约6.4 min。

### 6.310 氰霜唑 (cyazofamid)

#### 6.310.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以ZORBAX Extend-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长280 nm下对试样中的氰霜唑进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.310.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液：用磷酸将水的pH值调至4.0。

氰霜唑标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.310.3 操作条件

流动相： $\psi$ （乙腈：磷酸溶液）=55：45。

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX Extend-C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.2 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}$ C  $\pm$  2  $^{\circ}$ C。

检测波长：280 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：400 mg/L，线性范围：80 mg/L~1000 mg/L。

保留时间：氰霜唑约8.0 min。

### 6.311 氰烯菌酯 (phenamacril)

#### 6.311.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>8</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长290 nm下对试样中的氰烯菌酯进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.311.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

氰烯菌酯标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.311.3 操作条件

流动相： $\psi$ （乙腈：水）=60：40。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>8</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：25  $^{\circ}$ C  $\pm$  2  $^{\circ}$ C。

检测波长：290 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：302 mg/L~700 mg/L。

保留时间：氰烯菌酯约4.2 min。

### 6.312 炔苯酰草胺 (propyzamide)

#### 6.312.1 方法提要

试样用流动相溶解，以甲醇+磷酸溶液为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长240 nm下对试样中的炔苯酰草胺进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.312.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=0.5：1000。

炔苯酰草胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.312.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：磷酸溶液）=65：35。

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}$ C  $\pm$  2  $^{\circ}$ C。

检测波长：240 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：600 mg/L，线性范围：402 mg/L~798 mg/L。

保留时间：炔苯酰草胺约7.4 min。

### 6.313 炔草酯 (clodinafop-propargyl)

按HG/T 5433进行。

### 6.314 炔螨特 (propargite)

按HG/T 3765进行。

### 6.315 壬菌铜 (cuppric nonyl phenolsulfonate)

#### 6.315.1 方法提要

试样用适量缓冲溶液溶解、甲醇稀释，以甲醇+磷酸氢二钠溶液为流动相，使用以ZORBAX Extend-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长290 nm下对试样中的壬菌铜进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注1：制备壬菌铜溶液时，应加入定容体积五分之二左右的缓冲溶液溶解，解离生成壬基酚磺酸。

注2：壬菌铜中铜离子质量分数测定按附录 E 进行。

#### 6.315.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

乙二胺四乙酸二钠。

磷酸氢二钠。

氢氧化钠。

磷酸氢二钠溶液： $c(\text{Na}_2\text{HPO}_4) = 0.01 \text{ mol/L}$ 。

氢氧化钠溶液： $\rho(\text{NaOH}) = 50 \text{ g/L}$ 。

缓冲溶液：称取3.72 g（精确至0.001 g）乙二胺四乙酸二钠和1.42 g（精确至0.001 g）磷酸氢二钠，溶于1000 mL水中，用氢氧化钠溶液调pH至11.0，混合均匀。

壬菌铜标样：已知质量分数， $\omega \geq 90.0\%$ 。

### 6.315.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：磷酸氢二钠溶液）=80：20。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX Extend-C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于2℃）。

检测波长：290 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：1000 mg/L，线性范围：475 mg/L~1646 mg/L。

保留时间：壬基酚磺酸约3.2 min。

### 6.316 乳氟禾草灵（lactofen）

#### 6.316.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以甲醇+乙腈+水为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长292 nm下对试样中的乳氟禾草灵进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.316.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

乙腈：色谱纯。

水。

乳氟禾草灵标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.316.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：甲醇：水）=55：25：20。

色谱柱：150 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、3.5 μm填充物。

流速：1.5 mL/min。

柱温：25℃±2℃。

检测波长：292 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：1000 mg/L，线性范围：699 mg/L~1298 mg/L。

保留时间：乳氟禾草灵约4.0 min。

### 6.317 噻苯隆（thidiazuron）

按HG/T 5237进行。

### 6.318 噻虫胺（clothianidin）

### 6.318.1 方法提要

试样用流动相溶解，以乙腈+水为流动相，使用以ZORBAX Extend-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长269 nm下对试样中的噻虫胺进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.318.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

噻虫胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.318.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：水）=15：85。

色谱柱：150 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX Extend-C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.5 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于2  $^{\circ}$ C）。

检测波长：269 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：400 mg/L，线性范围：160 mg/L~800 mg/L。

保留时间：噻虫胺约7.5 min。

## 6.319 噻虫啉（thiacloprid）

### 6.319.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长245 nm下对试样中的噻虫啉进行高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.319.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

噻虫啉标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.319.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：水）=50：50。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}$ C  $\pm$  2  $^{\circ}$ C。

检测波长：245 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：50 mg/L，线性范围：10 mg/L~106 mg/L

保留时间：噻虫啉约5.5 min。

## 6.320 噻虫嗪（thiamethoxam）

按GB/T 33809进行。

### 6.321 噻吩磺隆 (thifensulfuron-methyl)

按GB/T 23758进行。

### 6.322 噻呋酰胺 (thi fluzamide)

#### 6.322.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以ZORBAX Extend-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长230 nm下对试样中的噻呋酰胺进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.322.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

噻呋酰胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.322.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：水）=75：25。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX Extend-C<sub>18</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于2  $^{\circ}\text{C}$ ）。

检测波长：230 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：200 mg/L，线性范围：45 mg/L~1229 mg/L。

保留时间：噻呋酰胺约6.5 min。

### 6.323 噻菌灵 (thiabendazole)

#### 6.323.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+乙酸铵溶液为流动相，使用以ZORBAX Extend-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长302 nm下对试样中的噻菌灵进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.323.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

乙酸铵。

乙酸铵溶液：称取0.77 g（精确至0.01 g）乙酸铵，溶于1000 mL水中，混合均匀。

噻菌灵标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.323.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：乙酸铵溶液）=50：50。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX Extend-C<sub>18</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.5 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于2  $^{\circ}\text{C}$ ）。

检测波长：302 nm。



进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：200 mg/L，线性范围：76 mg/L~608 mg/L。

保留时间：噻菌灵约7.2 min。

## 6.324 噻菌铜 (thiodiazole copper)

### 6.324.1 方法提要

试样用稀释溶剂溶解，用 $\text{Na}_2\text{S}$ 溶液碱解生成噻二唑，以乙腈+甲酸溶液为流动相，使用以SVEA C<sub>18</sub> Opal为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长313 nm下对试样中噻菌铜碱解生成的噻二唑进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注1：本方法使用噻二唑标样进行质量分数测定，计算噻菌铜质量分数时应考虑分子量换算系数。

注2：噻菌铜中铜离子质量分数测定按附录G进行。

### 6.324.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

九水合硫化钠。

甲酸。

硫化钠溶液： $c(\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

甲酸溶液： $\Psi(\text{甲酸} : \text{水}) = 1 : 1000$ 。

稀释溶剂： $\Psi(\text{乙腈} : \text{水}) = 2 : 1$ 。

2-氨基-5-巯基-1,3,4-噻二唑（简称噻二唑）：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.324.3 操作条件

流动相： $\Psi(\text{乙腈} : \text{甲酸溶液}) = 5 : 95$ 。

色谱柱：250 mm  $\times$  4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装SVEA C<sub>18</sub> Opal、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：313 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

噻二唑推荐浓度：200 mg/L，线性范围：103 mg/L~287 mg/L。

保留时间：噻二唑约6.5 min。

### 6.324.4 溶液的制备

#### 6.324.4.1 标样溶液的制备

称取0.01 g（精确至0.000 01 g）噻二唑标样，置于50 mL容量瓶中，加入20 mL稀释溶剂，超声波振荡5 min，冷却至室温，用稀释溶剂稀释至刻度，摇匀。

#### 6.324.4.2 试样溶液的制备

称取含0.012 g（精确至0.000 01 g）噻菌铜的试样，置于50 mL容量瓶中，加入12 mL稀释溶剂，超声波振荡5 min，加入4 mL硫化钠溶液，超声波振荡5 min，冷却至室温，用稀释溶剂稀释至刻度，摇匀，过滤。

## 6.325 噻螨酮 (hexythiazox)

### 6.325.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以SVEA C<sub>18</sub> Opal为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长226 nm下对试样中的噻螨酮进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.325.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

噻螨酮标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.325.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：水）=85：15。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装SVEA C<sub>18</sub> Opal、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：226 nm。

进样体积：10  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：200 mg/L，线性范围：102 mg/L~308 mg/L。

保留时间：噻螨酮约9.4 min。

## 6.326 噻霉酮 (benzothiazolinone)

### 6.326.1 方法提要

试样用稀释溶剂溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以SVEA C<sub>18</sub> Opal为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长320 nm下对试样中的噻霉酮进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.326.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=0.1：1000。

稀释溶剂： $\Psi$ （乙腈：水）=25：75。

噻霉酮标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.326.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=25：75。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装SVEA C<sub>18</sub> Opal、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：35  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：320 nm。

进样体积：10  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：200 mg/L，线性范围：103 mg/L~308 mg/L。

保留时间：噻霉酮约6.0 min。

## 6.327 噻森铜 (thiosen copper)

### 6.327.1 方法提要

试样用稀释溶剂溶解，用硫化钠溶液碱解生成噻二唑，以乙腈+甲酸溶液为流动相，使用以SVEA C<sub>18</sub> Opal为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长313 nm下对试样中噻森铜碱解生成的噻二唑进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注1：本方法使用噻二唑标样进行质量分数测定，由于噻森铜不能 100%碱解得到噻二唑，计算噻森铜质量分数时应考虑分子量换算系数和碱解转化系数。

注2：噻森铜中铜离子质量分数测定参考附录 G 进行。

### 6.327.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

九水合硫化钠。

甲酸。

硫化钠溶液： $c(\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

甲酸溶液： $\Psi(\text{甲酸} : \text{水}) = 1 : 1000$ 。

稀释溶剂： $\Psi(\text{乙腈} : \text{水}) = 2 : 1$ 。

2-氨基-5-巯基-1,3,4-噻二唑（简称噻二唑）：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.327.3 操作条件

流动相： $\Psi(\text{乙腈} : \text{甲酸溶液}) = 5 : 95$ 。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装SVEA C<sub>18</sub> Opal、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C ± 2 °C。

检测波长：313 nm。

进样体积：5 μL。

噻二唑推荐浓度：200 mg/L，线性范围：100 mg/L~309 mg/L。

保留时间：噻二唑约6.5 min。

### 6.327.4 溶液的制备

#### 6.327.4.1 标样溶液的制备

称取0.01 g（精确至0.000 01 g）噻二唑标样，置于50 mL容量瓶中，加入20 mL稀释溶剂，超声波振荡5 min，冷却至室温，用稀释溶剂稀释至刻度，摇匀。

#### 6.327.4.2 试样溶液的制备

称取含0.023 g（精确至0.000 01 g）噻森铜的试样，置于50 mL容量瓶中，加入12 mL稀释溶剂，超声波振荡5 min，加入4 mL硫化钠溶液，超声波振荡5 min，室温静置反应24 h，用稀释溶剂稀释至刻度，摇匀，过滤。

### 6.327.5 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噻二唑峰面积分别进行平均。试样中噻二唑和噻森铜质量分数分别按式（4）和（5）计算：

$$\omega_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times \omega}{A_1 \times m_2} \dots\dots\dots (4)$$

$$\omega_2 = \omega_1 \times \frac{339.9}{133.2 \times 2 \times 0.5814} \dots\dots\dots (5)$$

式中：

- $\omega_1$ ——试样中噻二唑质量分数，以%表示；
- $\omega_2$ ——试样中噻森铜质量分数，以%表示；
- $A_2$ ——试样溶液中噻二唑峰面积的平均值；
- $m_1$ ——噻二唑标样的质量，单位为克（g）；
- $\omega$ ——标样中噻二唑质量分数，以%表示；
- $A_1$ ——标样溶液中噻二唑峰面积的平均值；
- $m_2$ ——试样的质量，单位为克（g）；
- 339.9——噻森铜分子量；
- 133.2——噻二唑分子量；
- 2——噻森铜碱解为2个噻二唑；
- 0.5814——噻森铜碱解为噻二唑的转化系数。

## 6.328 噻酮磺隆（thiencarbazone-methyl）

### 6.328.1 方法提要

试样用稀释溶剂溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以SVEA C<sub>18</sub> Opal为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长215 nm下对试样中的噻酮磺隆进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.328.2 试剂和溶液

- 乙腈：色谱纯。
- 水。
- 磷酸。
- 磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=0.5：1000。
- 稀释溶剂： $\Psi$ （乙腈：水）=60：40。
- 噻酮磺隆标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.328.3 操作条件

- 流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=55：45。
- 色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装SVEA C<sub>18</sub> Opal、5  $\mu$ m填充物。
- 流速：1.0 mL/min。
- 柱温：30  $^{\circ}$ C  $\pm$  2  $^{\circ}$ C。
- 检测波长：215 nm。
- 进样体积：5  $\mu$ L。
- 有效成分推荐浓度：200 mg/L，线性范围：99 mg/L~298 mg/L。

保留时间：噻酮磺隆约4.7 min。

### 6.329 噻唑膦 (fosthiazate)

按HG/T 5421进行。

### 6.330 噻唑锌 (zinc thiozole)

#### 6.330.1 方法提要

试样用稀释溶剂溶解，以乙腈+三氟乙酸溶液为流动相，使用以SVEA C<sub>18</sub> Opal为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长310 nm下对试样中的噻唑锌进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注：噻唑锌中锌离子质量分数测定按附录H进行。

#### 6.330.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

三氟乙酸。

三氟乙酸溶液： $\Psi$ （三氟乙酸：水）=2：1000。

稀释溶剂： $\Psi$ （乙腈：三氟乙酸溶液）=30：70。

噻唑锌标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.330.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：三氟乙酸溶液）=5：95。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装SVEA C<sub>18</sub> Opal、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：310 nm。

进样体积：10  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：200 mg/L，线性范围：105 mg/L~309 mg/L。

保留时间：噻唑锌约6.5 min。

### 6.331 三苯基乙酸锡 (fentin acetate)

#### 6.331.1 方法提要

试样用内标溶液溶解、流动相稀释，以乙腈+缓冲溶液为流动相，使用以Superspher 100 RP 18e为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长220 nm下对试样中的三苯基乙酸锡进行反相高效液相色谱分离，内标法定量。

注1：本方法参考 CIPAC 489(103A.2a)+61/WP/M2。

注2：三苯基乙酸锡中锡离子质量分数测定参考附录 I 进行。

#### 6.331.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

浓盐酸。

四甲基溴化铵。

氯化钠。

内标物：1,4-二溴苯，应没有干扰分析的杂质。

内标溶液：称取2.5 g（精确至0.01 g）1,4-二溴苯，置于1000 mL容量瓶中，用乙腈溶解并稀释至刻度，摇匀。

盐酸溶液： $c(\text{HCl}) = 5 \text{ mol/L}$ 。

缓冲溶液：称取0.3 g（精确至0.01 g）氯化钠和0.06 g（精确至0.001 g）四丁基溴化铵，溶于300 mL水中，用盐酸溶液调pH至2.5，混合均匀。

三苯基乙酸锡：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.331.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：缓冲溶液）=70:30。

色谱柱：125 mm×4.0 mm（i.d.）不锈钢柱，内装Superspher 100 RP18e、4  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于2  $^{\circ}\text{C}$ ）。

检测波长：220 nm。

进样体积：10  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：13 mg/L。

保留时间：三苯基乙酸锡约2.5 min，1,4-二溴苯约4.4 min。

### 6.331.4 溶液的制备

#### 6.331.4.1 标样溶液的制备

称取0.05 g（精确至0.000 1 g）三苯基乙酸锡标样，置于50 mL锥形瓶中，用移液管移入20 mL内标溶液，超声波振荡10 min，冷却至室温，摇匀。用移液管移取1 mL上述溶液，置于100 mL容量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀。

#### 6.331.4.2 试样溶液的制备

称取含0.05 g（精确至0.000 1 g）三苯基醋酸锡的试样，置于50 mL锥形瓶中，用与6.331.4.1同一支移液管移入20 mL内标溶液，超声波振荡10 min，冷却至室温，摇匀。用移液管移取1 mL上述溶液，置于100 mL容量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，过滤。

### 6.332 三氟苯嘧啶（triflumezopyrim）

#### 6.332.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以SVEA C<sub>18</sub> Opal为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长233 nm下对试样中的三氟苯嘧啶进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.332.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

乙腈：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=0.5:1000。

三氟苯嘧啶标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.332.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=45：55。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装SVEA C<sub>18</sub> Opal、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C±2 °C。

检测波长：233 nm。

进样体积：10 μL。

有效成分推荐浓度：200 mg/L，线性范围：102 mg/L~302 mg/L。

保留时间：三氟苯嘧啶约5.0 min。

### 6.333 三氟啶磺隆钠盐 (trifloxysulfuron sodium)

#### 6.333.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以Inertsustain C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长240 nm下对试样中的三氟啶磺隆钠盐进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注：三氟啶磺隆钠盐中钠离子质量分数测定参考GB/T 20686进行，操作条件适当调整；进样体积：10 μL，有效成分推荐浓度：13 mg/L，线性范围：2 mg/L~30 mg/L。

#### 6.333.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

乙腈：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。

三氟啶磺隆钠盐标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.333.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=35：65。

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装Inertsustain C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C±2 °C。

检测波长：240 nm。

进样体积：10 μL。

有效成分推荐浓度：200 mg/L，线性范围：108 mg/L~325 mg/L。

保留时间：三氟啶磺隆钠盐约8.4 min。

### 6.334 三氟甲吡醚 (pyridalyl)

#### 6.334.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相，使用以Inertsustain C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长230 nm下对试样中的三氟甲吡醚进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.334.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

三氟甲吡醚标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.334.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：水）=85：15。

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装Inertsustain C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：40 °C±2 °C。

检测波长：230 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：200 mg/L，线性范围：97 mg/L~324 mg/L。

保留时间：三氟甲吡醚约9.5 min。

### 6.335 三氟羧草醚 (acifluorfen)

#### 6.335.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+磷酸溶液为流动相，使用以Shim-pack GIST-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长290 nm下对试样中的三氟羧草醚进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.335.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=0.5：1000。

三氟羧草醚标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.335.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：磷酸溶液）=60：40。

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装Shim-pack GIST-C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.5 mL/min。

柱温：40 °C±2 °C。

检测波长：290 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：1000 mg/L，线性范围：199 mg/L~1995 mg/L。

保留时间：三氟羧草醚约12.1 min。

### 6.336 三环唑 (tricyclazole)

按GB/T 12685进行。

### 6.337 三甲苯草酮 (tralkoxydim)

#### 6.337.1 方法提要



试样用乙腈溶解，以甲醇+乙腈+冰乙酸溶液为流动相，使用以Inertsustain C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长258 nm下对试样中的三甲苯草酮进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.337.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

甲醇：色谱纯。

水。

冰乙酸。

冰乙酸溶液： $\Psi$ （冰乙酸：水）=0.5：800。

三甲苯草酮标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.337.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：乙腈：冰乙酸溶液）=70：6：24。

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装Inertsustain C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}$ C  $\pm$  2  $^{\circ}$ C。

检测波长：258 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：600 mg/L，线性范围：149 mg/L~1000 mg/L。

保留时间：三甲苯草酮Z体约4.3 min，三甲苯草酮E体约16.0 min。

## 6.338 三氯吡氧乙酸三乙胺盐（triclopyr-triethylammonium）

### 6.338.1 方法提要

试样用流动相溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以Wondasil C<sub>18</sub> Superb为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长230 nm下对试样中的三氯吡氧乙酸进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注1：由于三氯吡氧乙酸易光解，在制备标样溶液和试样溶液时，应使用棕色容量瓶。

注2：三氯吡氧乙酸三乙胺盐中三乙胺离子质量分数测定按附录F进行。

### 6.338.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。

三氯吡氧乙酸标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.338.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=45：55。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装Wondasil C<sub>18</sub> Superb、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}$ C  $\pm$  2  $^{\circ}$ C。

检测波长：230 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

三氯吡氧乙酸推荐浓度：500 mg/L，线性范围：203 mg/L~814 mg/L。

保留时间：三氯吡氧乙酸约13.7 min。

### 6.339 三氯吡氧乙酸丁氧基乙酯 (triclopyr-butotyl)

#### 6.339.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长230 nm下对试样中的三氯吡氧乙酸丁氧基乙酯进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.339.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\psi$ （磷酸：水）=1：1000。

三氯吡氧乙酸丁氧基乙酯标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.339.3 操作条件

流动相： $\psi$ （乙腈：磷酸溶液）=65：35。

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}$ C  $\pm$  2  $^{\circ}$ C。

检测波长：230 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：400 mg/L，线性范围：199 mg/L~598 mg/L。

保留时间：三氯吡氧乙酸丁氧基乙酯约11.5 min。

### 6.340 三氯杀螨醇 (dicofol)

按HG/T 3699进行。

### 6.341 三乙磷酸铝 (fosetyl-aluminium)

按HG/T 3597进行。

### 6.342 三唑酮 (triadimefon)

按HG/T 3293进行。

### 6.343 三唑锡 (azocyclotin)

#### 6.343.1 方法提要

试样用甲醇+磷酸+丙酮溶解，以甲醇+缓冲溶液为流动相，使用以Inertsil ODS-SP为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长220 nm下对试样中的三唑锡进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注：三唑锡中锡离子质量分数测定按附录I进行。

#### 6.343.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

丙酮：色谱纯。

水。

磷酸。

浓盐酸。

氯化钠。

盐酸溶液： $c(\text{HCl}) = 12 \text{ mol/L}$ 。

缓冲溶液：称取7.35 g（精确至0.001 g）氯化钠，溶于1000 mL水中，加入2.5 mL盐酸溶液，混合均匀。

三唑锡标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.343.3 操作条件

流动相： $\psi$ （甲醇：缓冲溶液）=90：10。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装Inertsil ODS-SP、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：220 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：400 mg/L，线性范围：164 mg/L~822 mg/L。

保留时间：三唑锡约13.4 min。

### 6.343.4 溶液的制备

#### 6.343.4.1 标样溶液的制备

称取0.04 g（精确至0.000 01 g）三唑锡标样，置于100 mL容量瓶中，加入0.4 mL磷酸、3 mL丙酮和10 mL甲醇，超声波振荡5 min，冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀。

#### 6.343.4.2 试样溶液的制备

称取含0.04 g（精确至0.000 01 g）三唑锡的试样，置于100 mL容量瓶中，加入0.4 mL磷酸、3 mL丙酮和10 mL甲醇，超声波振荡5 min，冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀，过滤。

### 6.344 杀虫单（monosultap）

按GB/T 28128进行。

### 6.345 杀虫环（thiocyclam-hydrogenoxalate）

#### 6.345.1 方法提要

试样用流动相溶解，以甲醇+磷酸二氢钾溶液为流动相，使用以Hypersil SAX为填料的不锈钢柱（强阴离子交换柱）和紫外检测器，在波长260 nm下对试样中的杀虫环进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注：杀虫环中草酸根离子质量分数测定按附录J进行。

#### 6.345.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸二氢钾。

杀虫环草酸盐标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.345.3 操作条件

流动相：称取0.27 g（精确至0.001 g）磷酸二氢钾，溶于970 mL水中，加入30 mL甲醇，再加入1.25 mL磷酸，混合均匀。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（id），内装Hypersil SAX、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：260 nm。

进样体积：10  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：400 mg/L，线性范围：176 mg/L~1475 mg/L。

保留时间：杀虫环约3.3 min。

### 6.346 杀虫双（bisultap）

按GB/T 8200进行。

### 6.347 杀铃脲（triflumuron）

#### 6.347.1 方法提要

试样用稀释溶剂溶解，以乙腈+水为流动相，使用以Lichrosphere 100 RP<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长250 nm下对试样中的杀铃脲进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注：本方法参考CIPAC 548/TC/M。

#### 6.347.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

四氢呋喃：色谱纯。

水。

稀释溶剂： $\Psi$ （四氢呋喃：乙腈：水）=45：45：10。

杀铃脲：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.347.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：水）=63：37。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装Lichrosphere 100 RP<sub>18</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于2  $^{\circ}\text{C}$ ）。

检测波长：250 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：800 mg/L。

保留时间：杀铃脲约8.0 min。

### 6.348 杀螺胺（niclosamide）

### 6.348.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+磷酸二氢钾溶液为流动相，使用以Symmetry C<sub>8</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长236 nm下对试样中的杀螺胺进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注：本方法参考CIPAC 599/TC/M；杀螺胺质量分数测定也可参考6.349进行。

### 6.348.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

磷酸二氢钾。

磷酸。

杀螺胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.348.3 操作条件

流动相：称取1 g（精确至0.01 g）磷酸二氢钾，溶于300 mL水中，加入700 mL甲醇，再加入1 mL磷酸，混合均匀。

色谱柱：150 mm×3.9mm（i.d.）不锈钢柱，内装Symmetry C<sub>8</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于2 ℃）。

检测波长：236 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：500 mg/L。

保留时间：杀螺胺约12.0 min。

## 6.349 杀螺胺乙醇胺盐（niclosamide ethanolamine）

### 6.349.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以Shim-pack GIST-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长230 nm下对试样中的杀螺胺进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注：杀螺胺乙醇胺盐中乙醇胺离子质量分数测定按附录K进行。

### 6.349.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

甲醇：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。

杀螺胺乙醇胺盐标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.349.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=70：30。

色谱柱：150 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装Shim-pack GIST-C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：0.8 mL/min。

柱温：40 ℃±2 ℃。

检测波长：230 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：600 mg/L，线性范围：253 mg/L~1231 mg/L。

保留时间：杀螺胺约5.6 min。

#### 6.350 杀螟丹 (cartap)

按GB/T 22612进行。

#### 6.351 杀扑磷 (methidathion)

按GB 20682进行。

#### 6.352 杀鼠灵 (warfarin)

##### 6.352.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以乙腈+冰乙酸溶液为流动相，使用以Shim-pack GIST-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长265 nm下对试样中的杀鼠灵进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.352.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

甲醇：色谱纯。

水。

冰乙酸。

冰乙酸溶液： $\Psi$ （冰乙酸：水）=1：1000。

杀鼠灵标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.352.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：冰乙酸溶液）=75：25。

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装Shim-pack GIST-C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：0.8 mL/min。

柱温：40  $^{\circ}$ C  $\pm$  2  $^{\circ}$ C。

检测波长：265 nm。

进样体积：10  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：40 mg/L，线性范围：7 mg/L~136 mg/L。

保留时间：杀鼠灵约7.1 min。

#### 6.353 杀鼠醚 (coumatetralyl)

##### 6.353.1 方法提要

试样用适宜溶剂溶解，以乙腈+冰乙酸溶液为流动相，使用以LiChrosorb RP-18为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长310 nm下对试样中的杀鼠醚进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注：本方法参考CIPAC 189/TC/M。

##### 6.353.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

甲醇：色谱纯。

四氢呋喃：色谱纯。

水。

冰乙酸。

冰乙酸溶液： $\Psi$ （冰乙酸：水）=5：1000。

稀释溶剂 I： $\Psi$ （甲醇：水）=50：50。

稀释溶剂 II： $\Psi$ （甲醇：四氢呋喃）=50：50。

杀鼠醚标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.353.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：冰乙酸溶液）=50：50。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装LiChrosorb RP-18、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：2.0 mL/min。

柱温：50  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：310 nm。

进样体积：20  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：40 mg/L。

保留时间：杀鼠醚约5.0 min。

### 6.353.4 溶液的制备

#### 6.353.4.1 标样溶液的制备

称取0.08 g（精确至0.000 1 g）杀鼠醚标样，置于100 mL容量瓶中，加入50 mL甲醇，超声波振荡5 min，冷却至室温，用乙腈稀释至刻度，摇匀。用移液管移取5 mL上述溶液，置于100 mL容量瓶中，用稀释溶剂 I 稀释至刻度，摇匀。

#### 6.353.4.2 试样溶液的制备

##### 6.353.4.2.1 原药（母药）

称取含0.08 g（精确至0.000 1 g）杀鼠醚的试样，置于100 mL容量瓶中，加入50 mL乙腈，超声波振荡5 min，冷却至室温，用乙腈稀释至刻度，摇匀。用移液管移取5 mL上述溶液，置于100 mL容量瓶中，用稀释溶剂 I 稀释至刻度，摇匀，过滤。

##### 6.353.4.2.2 TRACKING POWDERS (TP)

称取含0.004 g（精确至0.000 1 g）杀鼠醚的试样，置于300 mL锥形瓶中，用移液管移入100 mL稀释溶剂 I，超声波振荡15 min，冷却至室温，过滤。

##### 6.353.4.2.3 GRAIN BAIT (AB)

称取含0.004 g（精确至0.000 1 g）杀鼠醚的试样，置于300 mL锥形瓶中，用移液管移入100 mL甲醇，超声波振荡30 min，冷却至室温，过滤。

##### 6.353.4.2.4 BLOCK BAIT (BB)

称取含0.004 g（精确至0.000 1 g）杀鼠醚的试样，置于300 mL锥形瓶中，用移液管移入100 mL稀释溶剂 II，超声波振荡30 min，冷却至室温，过滤。

## 6. 354 莎稗磷 (anilofos)

按GB/T 31750进行。

## 6. 355 蛇床子素 (cnidiadin)

### 6. 355. 1 方法提要

试样用甲醇溶解，以乙腈+水为流动相，使用以Shim-pack GIST-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长322 nm下对试样中的蛇床子素进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6. 355. 2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

甲醇：色谱纯。

水。

蛇床子素标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6. 355. 3 操作条件

流动相： $\Psi$  (乙腈 : 水) = 60 : 40。

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装Shim-pack GIST-C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：40  $^{\circ}$ C  $\pm$  2  $^{\circ}$ C。

检测波长：322 nm。

进样体积：20  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：5 mg/L，线性范围：1 mg/L~16 mg/L。

保留时间：蛇床子素约7.3 min。

## 6. 356 申嗪霉素 (phenazino-1-carboxylic acid)

### 6. 356. 1 方法提要

试样用适量四氢呋喃溶解、甲醇稀释，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以Shim-pack GIST-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长235 nm下对试样中的申嗪霉素进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注：制备申嗪霉素溶液时，应先加入定容体积十分之一左右的四氢呋喃溶解。

### 6. 356. 2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

甲醇：色谱纯。

四氢呋喃：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$  (磷酸 : 水) = 1 : 1000。

申嗪霉素标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6. 356. 3 操作条件



流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=50：50。

色谱柱：150 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装Shim-pack GIST-C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：40  $^{\circ}$ C  $\pm$ 2  $^{\circ}$ C。

检测波长：235 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：80 mg/L，线性范围：18 mg/L~373 mg/L。

保留时间：申嗪霉素约4.5 min。

#### 6.357 虱螨脲（lufenuron）

按HG/T 5435进行。

#### 6.358 十三烷苯酚酸

##### 6.358.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+磷酸溶液为流动相，使用以Shim-pack GIST-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长210 nm下对试样中的十三烷苯酚酸进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.358.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。

十三烷苯酚酸标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.358.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：磷酸溶液）=90：10。

色谱柱：150 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装Shim-pack GIST-C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：40  $^{\circ}$ C  $\pm$ 2  $^{\circ}$ C。

检测波长：210 nm。

进样体积：10  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：20 mg/L，线性范围：4 mg/L~40 mg/L。

保留时间：十三烷苯酚酸约11.0 min。

#### 6.359 十五烯苯酚酸

##### 6.359.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+磷酸溶液为流动相，使用以Shim-pack GIST-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长210 nm下对试样中的十五烯苯酚酸进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.359.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。

十五烯苯酚酸标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.359.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：磷酸溶液）=90：10。

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装Shim-pack GIST-C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：40 °C±2 °C。

检测波长：210 nm。

进样体积：10 μL。

有效成分推荐浓度：100 mg/L，线性范围：20 mg/L~205 mg/L。

保留时间：十五烯苯酚酸约 11.9 min。

### 6.360 双丙环虫酯 (afidopyropen)

#### 6.360.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长230 nm下对试样中的双丙环虫酯进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.360.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。

双丙环虫酯标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.360.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=40：60。

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C±2 °C。

检测波长：230 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：100 mg/L，线性范围：20 mg/L~486 mg/L。

保留时间：双丙环虫酯约 4.7 min。

### 6.361 双草醚 (bispyribac-sodium)

按HG/T 4940进行。

### 6.362 双氟磺草胺 (florasulam)

按HG/T 5242进行。

### 6.363 双胍三辛烷基苯磺酸盐 (iminocadine tris(albesilate))

### 6.363.1 方法提要

试样用稀释溶剂溶解，以乙腈+氨水-高氯酸溶液为流动相，使用以ZORBAX Eclipse XDB-C<sub>8</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长205 nm下对试样中的双胍辛胺进行高效液相色谱分离，外标法定量。

注1：制备标样和试样溶液时，应在 55 °C ± 2 °C 条件下超声波振荡 30 min。

注2：双胍三辛烷基苯磺酸盐中烷基苯磺酸盐质量分数测定按附录 L 进行。

### 6.363.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

乙腈：色谱纯。

水。

氨水。

浓盐酸。

高氯酸。

盐酸溶液： $\Psi$ （浓盐酸：水）= 10：90。

稀释溶剂： $\Psi$ （甲醇：盐酸溶液）= 50：50。

氨水-高氯酸溶液：移取10 mL氨水，溶于1000 mL水中，用高氯酸调pH至2.5，混合均匀。

双胍三辛烷基苯磺酸盐标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.363.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：氨水-高氯酸溶液）= 26：74。

色谱柱：250 mm × 4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX Eclipse XDB-C<sub>8</sub>、5 μm填充物。

流速：0.6 mL/min。

柱温：30 °C ± 2 °C。

检测波长：205 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：1200 mg/L，线性范围：406 mg/L ~ 2025 mg/L。

保留时间：双胍辛胺约21.4 min。

## 6.364 双环磺草酮 (benzobicyclon)

### 6.364.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长254 nm下对试样中的双环磺草酮进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.364.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）= 1：1000。

双环磺草酮标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.364.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=60：40。

色谱柱：150 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}$ C $\pm$ 2  $^{\circ}$ C。

检测波长：254 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：185 mg/L~1402 mg/L。

保留时间：双环磺草酮约5.5 min。

## 6.365 双硫磷（temephos）

### 6.365.1 方法提要

试样用乙酸乙酯+正己烷溶解，以乙酸乙酯+正己烷为流动相，4-硝基苯甲酸-4-硝基苯酯为内标物，使用以 $\mu$ -Porasil为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长254 nm下对试样中的双硫磷进行正相高效液相色谱分离，内标法定量。

注：本方法参考CIPAC 340/TC/M。

### 6.365.2 试剂和溶液

乙酸乙酯：色谱纯。

正己烷：色谱纯。

内标物：4-硝基苯甲酸-4-硝基苯酯，应没有干扰分析的杂质。

内标溶液：称取1.5 g（精确至0.01 g）4-硝基苯二甲酸二甲酯，置于250 mL容量瓶中，用乙酸乙酯溶解并稀释至刻度，摇匀。

双硫磷标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.365.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （正己烷：乙酸乙酯）=10：90。

色谱柱：300 mm×3.9 mm（i.d.）不锈钢柱，内装 $\mu$ -Porasil、10  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于2  $^{\circ}$ C）。

检测波长：254 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：1200 mg/L。

保留时间：内标物约9.6 min，双硫磷约11.5 min。

### 6.365.4 溶液的制备

#### 6.365.4.1 标样溶液的制备

称取0.06 g（精确至0.000 1 g）双硫磷标样，置于50 mL容量瓶中，用移液管移入5 mL内标溶液，加入25 mL乙酸乙酯，用正己烷稀释至刻度，摇匀。

#### 6.365.4.2 试样溶液的制备

称取含0.06 g（精确至0.000 1 g）双硫磷的试样，置于50 mL容量瓶中，用与6.365.4.1同一支移液管移入5 mL内标溶液，加入25 mL乙酸乙酯，用正己烷稀释至刻度，摇匀，过滤。

## 6.366 双氯磺草胺 (diclosulam)

### 6.366.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长254 nm下对试样中的双氯磺草胺进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.366.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。

双氯磺草胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.366.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=50：50。

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}$ C  $\pm$  2  $^{\circ}$ C。

检测波长：254 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：165 mg/L~1364 mg/L。

保留时间：双氯磺草胺约5.0 min。

## 6.367 双炔酰菌胺 (mandipropamid)

### 6.367.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长220 nm下对试样中的双炔酰菌胺进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.367.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。

双炔酰菌胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.367.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=50：50。

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}$ C  $\pm$  2  $^{\circ}$ C。

检测波长：220 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：100 mg/L，线性范围：20 mg/L~493 mg/L。

保留时间：双炔酰菌胺约8.1 min。

## 6.368 双唑草腈 (pyraclonil)

### 6.368.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长235 nm下对试样中的双唑草腈进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.368.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。

双唑草腈标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.368.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=50：50。

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：235 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：100 mg/L，线性范围：21 mg/L~494 mg/L。

保留时间：双唑草腈约5.4 min。

## 6.369 双唑草酮 (bipyrazone)

### 6.369.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长254 nm下对试样中的双唑草酮进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.369.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。

双唑草酮标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.369.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=50：50。

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：254 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：137 mg/L~1321 mg/L。

保留时间：双唑草酮约3.5 min。

#### 6.370 霜霉威 (propamocarb)

按GB/T 22621进行。

#### 6.371 霜霉威盐酸盐 (propamocarb hydrochloride)

按GB/T 22622进行。

注：霜霉威盐酸盐中氯离子质量分数测定参考附录C进行。

#### 6.372 霜脲氰 (cymoxanil)

按HG/T 5134进行。

#### 6.373 水胺硫磷 (isocarbophos)

按GB 24753进行。

#### 6.374 四氟醚唑 (tetraconazole)

##### 6.374.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以InerSustain C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长220 nm下对试样中的四氟醚唑进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.374.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

四氟醚唑标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.374.3 操作条件

流动相： $\Psi$  (甲醇 : 水) = 75 : 25。

色谱柱：150 mm  $\times$  4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装InerSustain C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}$ C  $\pm$  2  $^{\circ}$ C。

检测波长：220 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：400 mg/L，线性范围：81 mg/L~810 mg/L。

保留时间：四氟醚唑约 4.9 min。

#### 6.375 四氯虫酰胺 (tetrachlorantraniliprole)

##### 6.375.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长254 nm下对试样中的四氯虫酰胺进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.375.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液：用磷酸将水的pH调至2.0。

四氯虫酰胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.375.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=45：55。

色谱柱：150 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于2  $^{\circ}\text{C}$ ）。

检测波长：254 nm。

进样体积：10  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：400 mg/L，线性范围：155 mg/L~1162 mg/L。

保留时间：四氯虫酰胺约 15.9 min。

## 6.376 四螨嗪（clofentezine）

### 6.376.1 方法提要

试样用稀释溶剂溶解，以乙腈+水为流动相，邻苯二甲酸丁苄酯为内标物，使用以Spherisorb ODS-2为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长235 nm下对试样中的四螨嗪进行反相高效液相色谱分离，内标法定量。

注：本方法参考CIPAC 418/TC/M。

### 6.376.2 试剂和溶液

丙酮：色谱纯。

乙腈：色谱纯。

水。

磷酸。

稀释溶剂：称取1 g（精确至0.01 g）磷酸，溶于1000 mL丙酮中，混合均匀。

内标物：邻苯二甲酸丁苄酯，应没有干扰分析的杂质。

内标溶液：称取4 g（精确至0.01 g）邻苯二甲酸丁苄酯，置于500 mL容量瓶中，用稀释溶剂稀释至刻度，摇匀。

四螨嗪标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.376.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：水）=65：35。

色谱柱：250 mm×4 mm（i.d.）不锈钢柱，内装Spherisorb ODS-2、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.4 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于2  $^{\circ}\text{C}$ ）。

检测波长：235 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。



有效成分推荐浓度：1250 mg/L。

保留时间：四螨嗪约 6.3 min，邻苯二甲酸丁苄酯 7.8 min。

#### 6.376.4 溶液的制备

##### 6.376.4.1 标样溶液的制备

称取0.1 g（精确到0.000 1 g）四螨嗪标样，置于100 mL锥形瓶中，用移液管移入20 mL内标溶液，加入60 mL稀释溶剂，超声波振荡溶解后，冷却至室温，摇匀。

##### 6.376.4.2 试样溶液的制备

称取含0.1 g（精确到0.000 1 g）四螨嗪的试样，置于100 mL锥形瓶中，用与6.376.4.1同一支移液管移入20 mL内标溶液，加入60 mL稀释溶剂，超声波振荡溶解后，冷却至室温，摇匀，过滤。

#### 6.377 松脂酸钠（sodium pimaric acid）

##### 6.377.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以ZORBAX Eclipse Plus C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长245 nm下对试样中的松脂酸进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注：松脂酸钠中钠离子质量分数测定参考GB/T 20686进行。

##### 6.377.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

乙腈：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。

松脂酸钠标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.377.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=70：30。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX Eclipse Plus C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}$ C  $\pm$  2  $^{\circ}$ C。

检测波长：245 nm。

进样体积：10  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：40 mg/L，线性范围：9 mg/L~95 mg/L。

保留时间：松脂酸约 27.6 min。

#### 6.378 松脂酸铜（copper Abietate）

##### 6.378.1 方法提要

试样用适量N,N-二甲基甲酰胺溶解、甲醇稀释，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以ZORBAX Eclipse Plus C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长245 nm下对试样中的松脂酸进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注1：由于松脂酸铜标样无法获得，本方法使用松脂酸钠进行质量分数测定，计算松脂酸铜质量分数时应考虑分子量换算系数。

注2：制备松脂酸铜试样溶液时，应加入定容体积四分之一左右的N,N-二甲基甲酰胺溶解。

注3：松脂酸铜中铜离子质量分数测定参考附录B进行。

### 6.378.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

乙腈：色谱纯。

N,N-二甲基甲酰胺。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。

松脂酸钠标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.378.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=70：30。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX Eclipse Plus C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C±2 °C。

检测波长：245 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：40 mg/L~966 mg/L。

保留时间：松脂酸约 27.6 min。

### 6.379 涕灭威 (aldicarb)

按GB/T 31746进行。

### 6.380 甜菜安 (desmedipham)

#### 6.380.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以InertSustain C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长235 nm下对试样中的甜菜安进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.380.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

甜菜安标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.380.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：水）=60：40。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装InertSustain C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C±2 °C。

检测波长：235 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：200 mg/L，线性范围：39 mg/L~392 mg/L。

保留时间：甜菜安约14.2 min。

## 6.381 甜菜宁 (phenmedipham)

### 6.381.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以二噁烷+乙腈+水为流动相，以苯甲酸丁酯为内标物，使用以Bondapak C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长238 nm下对试样中的甜菜宁进行反相高效液相色谱分离，内标法定量。

注：本方法参考CIPAC 77/TC/M。

### 6.381.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

二噁烷：色谱纯。

水。

内标物：苯甲酸丁酯，应没有干扰分析的杂质。

内标溶液：称量0.5 g（精确至0.01 g）苯甲酸丁酯，置于500 mL容量瓶中，用乙腈溶解并稀释至刻度，摇匀。

甜菜宁标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.381.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （二噁烷：乙腈：水）=1：52：48。

色谱柱：300 mm×3.9 mm（i.d.）不锈钢柱，内装Bondapak C<sub>18</sub>、10  $\mu$ m填充物。

流速：2.0 mL/min。

柱温：20  $^{\circ}$ C  $\pm$  2  $^{\circ}$ C。

检测波长：238 nm。

进样体积：10  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：1000 mg/L。

保留时间：甜菜宁约12.1 min，苯甲酸丁酯约25.7 min。

### 6.381.4 溶液的制备

#### 6.381.4.1 标样溶液的制备

称取0.5 g（精确至0.000 1 g）甜菜宁标样，置于50 mL容量瓶中，用乙腈溶解并稀释至刻度，摇匀。用移液管移取10 mL上述溶液和20 mL内标溶液，置于100 mL容量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀。

#### 6.381.4.2 试样溶液的制备

称取含0.5 g（精确至0.000 1 g）甜菜宁的试样，置于50 mL容量瓶中，用乙腈溶解并稀释至刻度，摇匀。用移液管移取10 mL上述溶液和20 mL内标溶液，置于100 mL容量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，过滤。

## 6.382 调环酸钙 (prohexadione calcium)

### 6.382.1 方法提要

试样用稀释溶剂溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以InertSustain C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长270 nm下对试样中的调环酸钙进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注：调环酸钙中钙离子质量分数测定按附录M进行。

### 6.382.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。

稀释溶剂： $\Psi$ （乙腈：水：磷酸）=30：70：0.2。

调环酸钙标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.382.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=30：70。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装InertSustain C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}$ C  $\pm$  2  $^{\circ}$ C。

检测波长：270 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：201 mg/L~817 mg/L。

保留时间：调环酸钙约9.4 min。

## 6.383 羧锈灵 (carboxin)

### 6.383.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+磷酸溶液为流动相，使用以InertSustain C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长254 nm下对试样中的羧锈灵进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.383.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。

羧锈灵标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.383.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：磷酸溶液）=60：40。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装InertSustain C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}$ C  $\pm$  2  $^{\circ}$ C。

检测波长：254 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：200 mg/L，线性范围：41 mg/L~410 mg/L。  
保留时间：萎锈灵约9.2 min。

#### 6.384 肟菌酯 (trifloxystrobin)

按NY/T 3574进行。

#### 6.385 五氟磺草胺 (penoxsulam)

按NY/T 3591进行。

#### 6.386 戊菌唑 (penconazole)

##### 6.386.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长220 nm下对试样中的戊菌唑进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.386.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

戊菌唑标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.386.3 操作条件

流动相： $\psi$  (甲醇 : 水) = 75 : 25。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}$ C  $\pm$  2  $^{\circ}$ C。

检测波长：220 nm。

进样体积：10  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：100 mg/L，线性范围：61 mg/L~143 mg/L。

保留时间：戊菌唑约8.9 min。

#### 6.387 戊唑醇 (tebuconazole)

按GB/T 22602进行。

#### 6.388 烯草酮 (clethodim)

按GB/T 22614进行。

#### 6.389 烯啶虫胺 (nitenpyram)

按HG/T 5438进行。

#### 6.390 烯禾啉 (sethoxydim)

##### 6.390.1 方法提要

试样用冰乙酸溶液溶解、正己烷萃取，以正己烷+乙酸乙酯+冰乙酸+乙醇为流动相，麝香草酚为内标物，使用以Lichrosorb CN为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长280 nm下对试样中的烯禾啉进行正相高效液相色谱分离，内标法定量。

注1：本方法参考 CIPAC 401/TC/M。

注2：本方法使用烯禾啉锂盐标样进行质量分数测定，计算烯禾啉质量分数时应考虑分子量换算系数。

## 6.390.2 试剂和溶液

正己烷：色谱纯。

乙酸乙酯：色谱纯。

乙醇：色谱纯。

水。

冰乙酸。

冰乙酸溶液： $\rho(\text{CH}_3\text{COOH}) = 200 \text{ g/L}$ 。

内标物：麝香草酚，应没有干扰分析的杂质。

内标溶液：称取2 g（精确至0.01 g）麝香草酚，置于100 mL容量瓶中，用正己烷溶解并稀释至刻度，摇匀。

烯禾啉锂盐标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

## 6.390.3 操作条件

流动相： $\Psi(\text{正己烷} : \text{乙酸乙酯} : \text{冰乙酸} : \text{乙醇}) = 1000 : 10 : 10 : 0.5$ 。

色谱柱：250 mm×4.0 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装Lichrosorb CN、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：2.0 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于2℃）。

检测波长：280 nm。

进样体积：3  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：1000 mg/L。

保留时间：烯禾啉约3.3 min，麝香草酚约4.4 min。

## 6.390.4 溶液的制备

### 6.390.4.1 标样溶液的制备

称取0.2 g（精确至0.000 1 g）烯禾啉锂盐标样，置于50 mL锥形瓶中，加入1 mL冰乙酸溶液，静置5 min，用移液管移入20 mL内标溶液和20 mL正己烷，振荡5 min，静置约1 h直至正己烷层澄清透明。用微量移液器移取200  $\mu\text{L}$ 上清液，置于4 mL样品瓶中，加入1 mL正己烷，摇匀。

### 6.390.4.2 试样溶液的制备

称取含0.2 g（精确至0.000 1 g）烯禾啉的试样，置于50 mL锥形瓶中，加入1 mL冰乙酸溶液，静置5 min，用移液管移入20 mL内标溶液和20 mL正己烷，振荡5 min，静置约1 h直至正己烷层澄清透明。用微量移液器移取200  $\mu\text{L}$ 上清液，置于4 mL样品瓶中，加入1 mL正己烷，摇匀，过滤。

## 6.391 烯肟菌胺（fenaminstrobin）

### 6.391.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以乙腈+水为流动相，使用以ZORBAX Extend-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长273 nm下对试样中的烯肟菌胺进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.391.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

乙腈：色谱纯。

水。

烯肟菌胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.391.3 操作条件

流动相： $\psi$ （乙腈：水）=70：30。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX Extend-C<sub>18</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于2℃）。

检测波长：273 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：125 mg/L~1351 mg/L。

保留时间：烯肟菌胺约8.9 min。

## 6.392 烯肟菌酯（enostroburin）

### 6.392.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以ZORBAX Extend-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长290 nm下对试样中的烯肟菌酯进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.392.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

烯肟菌酯标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.392.3 操作条件

流动相： $\psi$ （甲醇：水）=75：25。

色谱柱：150 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX Extend-C<sub>18</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于2℃）。

检测波长：290 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：178 mg/L~1271 mg/L。

保留时间：烯肟菌酯约9.0 min。

## 6.393 烯酰吗啉（dimethomorph）

### 6.393.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长243 nm下对试样中的烯酰吗啉进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.393.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

烯酰吗啉标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.393.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：水）=45：55。

色谱柱：250 mm×4.0 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于2  $^{\circ}\text{C}$ ）。

检测波长：243 nm。

进样体积：10  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：120 mg/L。

保留时间：烯酰吗啉 E 体约 12.2 min，烯酰吗啉 Z 体约 13.5 min。

#### 6.394 烯腺嘌呤（enadenine）

##### 6.394.1 方法提要

试样用稀释溶剂溶解，以甲醇+磷酸二氢钾溶液为流动相，使用以ZORBAX SB-Aq为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长270 nm下对试样中的烯腺嘌呤进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.394.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

磷酸二氢钾。

氢氧化钠。

氢氧化钠溶液： $c(\text{NaOH}) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

磷酸二氢钾溶液：称取1.36 g（精确至0.001 g）磷酸二氢钾，溶于1000 mL水中，用氢氧化钠溶液调pH至6.5，混合均匀。

稀释溶剂： $\Psi$ （甲醇：水）=50：50。

烯腺嘌呤标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.394.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：磷酸二氢钾溶液）=45：55。

色谱柱：150 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX SB-Aq、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}\text{C} \pm 2 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：270 nm。

进样体积：50  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：0.4 mg/L，线性范围：0.1 mg/L~5.1 mg/L。



保留时间：烯腺嘌呤约18.6 min。

#### 6.394.4 溶液的制备

##### 6.394.4.1 标样溶液的制备

称取0.01 g（精确至0.000 01 g）烯腺嘌呤标样，置于250 mL容量瓶中，加入150 mL稀释溶剂，超声波振荡5 min，冷却至室温，用稀释溶剂稀释至刻度，摇匀。移取1 mL上述溶液，置于100 mL容量瓶中，用稀释溶剂稀释至刻度，摇匀。

##### 6.394.4.2 试样溶液的制备

###### 6.394.4.2.1 固体试样

称取含0.000 04 g（精确至0.000 1 g）烯腺嘌呤的试样，置于150 mL锥形瓶中，用移液管移取100 mL稀释溶剂，40 ℃水浴振荡20 min，冷却至室温，过滤。

###### 6.394.4.2.2 液体试样

称取含0.000 01 g（精确至0.000 1 g）烯腺嘌呤的试样，置于25 mL容量瓶中，用稀释溶剂稀释至刻度，摇匀，过滤。

#### 6.395 烯效唑（unicouazole）

##### 6.395.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长254 nm下对试样中的烯效唑进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.395.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

烯效唑标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.395.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：水）=75：25。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 ℃±2 ℃。

检测波长：254 nm。

进样体积：10 μL。

有效成分推荐浓度：100 mg/L，线性范围：61 mg/L~142 mg/L。

保留时间：烯效唑约7.5 min。

#### 6.396 烯唑醇（diniconazole）

按GB/T 22175进行。

#### 6.397 酰胺磺隆（amidosulfuron）

### 6.397.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长254 nm下对试样中的酰嘧磺隆进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.397.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。

酰嘧磺隆标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.397.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=50：50。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：254 nm。

进样体积：10  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：100 mg/L，线性范围：59 mg/L~139 mg/L。

保留时间：酰嘧磺隆约5.7 min。

## 6.398 香芹酚（carvacrol）

### 6.398.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长275 nm下对试样中的香芹酚进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.398.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。

香芹酚标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.398.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=55：45。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：275 nm。

进样体积：20  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：100 mg/L，线性范围：65 mg/L~152 mg/L。

保留时间：香芹酚约9.0 min。

## 6.399 硝苯菌酯 (meptyldinocap)

### 6.399.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以TC-C<sub>18</sub> (2) 为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长235 nm下对试样中的硝苯菌酯进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.399.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

硝苯菌酯标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.399.3 操作条件

流动相： $\Psi$  (甲醇 : 水) = 80 : 20。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装TC-C<sub>18</sub> (2)、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：25  $^{\circ}$ C  $\pm$  2  $^{\circ}$ C。

检测波长：235 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：200 mg/L，线性范围：108 mg/L~2168 mg/L。

保留时间：硝苯菌酯约21.3min。

## 6.400 硝虫硫磷 (xiaochongthion)

### 6.400.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+磷酸溶液为流动相，使用以TC-C<sub>18</sub> (2) 为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长230 nm下对试样中的硝虫硫磷进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.400.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$  (磷酸 : 水) = 1 : 1000。

硝虫硫磷标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.400.3 操作条件

流动相： $\Psi$  (甲醇 : 磷酸溶液) = 85 : 15。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：25  $^{\circ}$ C  $\pm$  2  $^{\circ}$ C。

检测波长：230 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：200 mg/L，线性范围：53 mg/L~1058 mg/L。

保留时间：硝虫硫磷约10.6 min。

#### 6.401 硝磺草酮 (mesotrione)

按GB/T 22175进行。

#### 6.402 小檗碱 (berberine)

##### 6.402.1 方法提要

试样用水溶解，以乙腈+磷酸二氢钾溶液为流动相，使用以TC-C<sub>18</sub>(2)为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长265 nm下对试样中的小檗碱进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注：本方法使用盐酸小檗碱标样进行质量分数测定，计算小檗碱质量分数时应考虑分子量换算系数。

##### 6.402.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

磷酸二氢钾。

磷酸二氢钾溶液： $c(\text{KH}_2\text{PO}_4) = 0.033 \text{ mol/L}$ 。

盐酸小檗碱标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.402.3 操作条件

流动相： $\psi$  (乙腈 : 磷酸二氢钾溶液) = 70 : 30。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装TC-C<sub>18</sub>(2)、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：25 °C ± 2 °C。

检测波长：265 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：200 mg/L，线性范围：50 mg/L~1006 mg/L。

保留时间：小檗碱约3.1 min。

#### 6.403 缬菌胺 (valifenalate)

##### 6.403.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以TC-C<sub>18</sub>(2)为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长225 nm下对试样中的缬菌胺进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.403.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

缬菌胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.403.3 操作条件

流动相： $\psi$  (甲醇 : 水) = 60 : 40。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装TC-C<sub>18</sub>(2)、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：25 °C ± 2 °C。

检测波长：225 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：600 mg/L，线性范围：156 mg/L~6050 mg/L。

保留时间：缬菌胺（含一对非对映体）约19.6 min、22.1 min。

#### 6.404 缬霉威 (iprovalicarb)

##### 6.404.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相，使用以TC-C<sub>18</sub>（2）为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长220 nm下对试样中的缬霉威进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.404.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

缬霉威标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.404.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：水）=70：30。

色谱柱：250 mm $\times$ 4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装TC-C<sub>18</sub>（2）、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：25  $^{\circ}$ C  $\pm$  2  $^{\circ}$ C。

检测波长：220 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：200 mg/L，线性范围：53 mg/L~1004 mg/L。

保留时间：缬霉威约5.4 min。

#### 6.405 辛硫磷 (phoxim)

按GB/T 9556进行。

#### 6.406 辛酰碘苯腈 (ioxynil octanoate)

##### 6.406.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以TC-C<sub>18</sub>（2）为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长230 nm下对试样中的辛酰碘苯腈进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.406.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

乙腈：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液：用磷酸将水的pH调至3.0。

辛酰碘苯腈标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.406.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=90：10。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装TC-C<sub>18</sub>（2）、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：25 °C±2 °C。

检测波长：230 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：1000 mg/L，线性范围：253 mg/L~2024 mg/L。

保留时间：辛酰碘苯腈约8.2 min。

#### 6.407 溴敌隆（bromadiolone）

按GB 20678进行。

#### 6.408 溴菌腈（bromothalonil）

##### 6.408.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以TC-C<sub>18</sub>（2）为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长220 nm下对试样中的溴菌腈进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.408.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

溴菌腈标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.408.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：水）=70：30。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装TC-C<sub>18</sub>（2）、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：25 °C±2 °C。

检测波长：220 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：2000 mg/L，线性范围：500 mg/L~20100 mg/L。

保留时间：溴菌腈约3.9 min。

#### 6.409 溴螨酯（bromopropylate）

##### 6.409.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以乙腈+甲醇+水为流动相，使用以VP-ODS为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长235 nm下对试样中的溴螨酯进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.409.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

乙腈：色谱纯。

水。

溴螨酯标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.409.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：甲醇：水）=40：35：25。

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装VP-ODS、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：35  $^{\circ}$ C  $\pm$ 2  $^{\circ}$ C。

检测波长：235 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：600 mg/L，线性范围：103 mg/L~1184 mg/L。

保留时间：溴螨酯约11.8 min。

### 6.410 溴氰虫酰胺(cyantraniliprole)

#### 6.410.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+磷酸溶液为流动相，使用以VP-ODS为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长260 nm下对试样中的溴氰虫酰胺进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.410.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=0.5：1000。

溴氰虫酰胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.410.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：磷酸溶液）=55：45。

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装VP-ODS、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：35  $^{\circ}$ C  $\pm$ 2  $^{\circ}$ C。

检测波长：260 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：400 mg/L，线性范围：61 mg/L~825 mg/L。

保留时间：溴氰虫酰胺约5.7 min。

### 6.411 溴氰菊酯(deltamethrin)

按GB/T 28131进行。

### 6.412 溴鼠灵(brodifacoum)

按GB 20690进行。

### 6.413 溴硝醇(bronopol)

#### 6.413.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+磷酸溶液为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长210 nm下对试样中的溴硝醇进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.413.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=0.5：1000。

溴硝醇标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.413.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：磷酸溶液）=15：85。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装 ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：35  $^{\circ}$ C  $\pm$  2  $^{\circ}$ C。

检测波长：210 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：1000 mg/L，线性范围：104 mg/L~1994 mg/L。

保留时间：溴硝醇约6.0 min。

#### 6.414 亚胺唑(imibenconazole)

##### 6.414.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+磷酸溶液为流动相，使用以VP-ODS为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长245 nm下对试样中的亚胺唑进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.414.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=0.5：1000。

亚胺唑标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.414.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：磷酸溶液）=78：22。

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装VP-ODS、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：35  $^{\circ}$ C  $\pm$  2  $^{\circ}$ C。

检测波长：245 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：400 mg/L，线性范围：60 mg/L~801 mg/L。

保留时间：亚胺唑约10.0 min。

#### 6.415 烟碱(nicotine)



### 6.415.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以乙腈+缓冲溶液为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长260 nm下对试样中的烟碱进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.415.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

乙腈：色谱纯。

水。

乙酸铵。

三乙胺。

缓冲溶液：称取5 g（精确至0.01 g）乙酸铵，溶于1000 mL水中，加入10 mL三乙胺，混合均匀。

烟碱标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.415.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：缓冲溶液）=50：50。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}$ C $\pm$ 2  $^{\circ}$ C。

检测波长：260 nm。

进样体积：10  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：400 mg/L，线性范围：98 mg/L~1177 mg/L。

保留时间：烟碱约4.5 min。

### 6.416 烟嘧磺隆(nicosulfuron)

按GB/T 29383进行。

### 6.417 盐酸吗啉胍(moroxydine hydrochloride)

#### 6.417.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+缓冲溶液流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长240 nm下对试样中的盐酸吗啉胍进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注：盐酸吗啉胍中氯离子质量分数测定方法参考附录C进行。

#### 6.417.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

乙酸铵。

冰乙酸。

缓冲溶液：称取1 g（精确至0.01 g）乙酸铵，溶于1000 mL水中，加入1 mL冰乙酸，混合均匀。

盐酸吗啉胍标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.417.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：缓冲溶液）=5：95。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：0.8 mL/min。

柱温：35 °C±2 °C。

检测波长：240 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：600 mg/L，线性范围：102 mg/L~1211 mg/L。

保留时间：盐酸吗啡约4.5 min。

#### 6.418 氧乐果(omethoate)

按HG 3306进行。

#### 6.419 野燕枯(difenzoquat)

##### 6.419.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以乙腈+缓冲溶液为流动相，使用以VP-ODS为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长254 nm下对试样中的野燕枯进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.419.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

甲醇：色谱纯。

异丙醇：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸氢二钠。

缓冲溶液：称取 3.58 g (精确至 0.001 g) 磷酸氢二钠，溶于 1000 mL 水中，加入 1 mL 磷酸，再加入 50 mL 异丙醇，混合均匀。

野燕枯标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.419.3 操作条件

流动相： $\psi$  (乙腈 : 缓冲溶液) = 30 : 70。

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装VP-ODS、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C±2 °C。

检测波长：254 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：600 mg/L，线性范围：107 mg/L~1293 mg/L。

保留时间：野燕枯约4.0 min。

#### 6.420 叶菌唑(metconazole)

##### 6.420.1 方法提要

试样用流动相溶解，以乙腈+水为流动相，使用以X-Peonyx AQ-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长220 nm下对试样中的叶菌唑进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.420.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

叶菌唑标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.420.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：水）=55：45。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装X-Peonyx AQ-C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C±2 °C。

检测波长：220 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：1000 mg/L，线性范围：213 mg/L~1993 mg/L。

保留时间：叶菌唑反式体约15.1 min，叶菌唑顺式体约15.9 min。

#### 6.421 依维菌素（ivermectin）

##### 6.421.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相，使用以X-Peonyx AQ-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长245 nm下对试样中的依维菌素进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.421.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

依维菌素标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.421.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：水）=85：15。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装X-Peonyx AQ-C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C±2 °C。

检测波长：245 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：1000 mg/L，线性范围：187 mg/L~2926 mg/L。

保留时间：依维菌素B<sub>1b</sub>约17.2 min，依维菌素B<sub>1a</sub>约22.1 min。

#### 6.422 乙虫腈（ethiprole）

##### 6.422.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+冰乙酸溶液为流动相，使用以X-Peonyx AQ-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长280 nm下对试样中的乙虫腈进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.422.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

冰乙酸。

冰乙酸溶液： $\Psi$ （冰乙酸：水）=5：1000。

乙虫腈标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.422.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：冰乙酸溶液）=65：35。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装X-Peonyx AQ-C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C±2 °C。

检测波长：280 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：1000 mg/L，线性范围：203 mg/L~2267 mg/L。

保留时间：乙虫腈约11.7 min。

## 6.423 乙基多杀菌素（spinetoram）

### 6.423.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+乙腈+乙酸铵溶液为流动相，使用以X-Peonyx AQ-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长245 nm下对试样中的乙基多杀菌素进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.423.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

乙腈：色谱纯。

水。

乙酸铵。

乙酸铵溶液： $\rho$ （CH<sub>3</sub>COONH<sub>4</sub>）=2 g/L。

乙基多杀菌素（J+L）标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.423.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：乙腈：乙酸铵溶液）=45：45：10。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装X-Peonyx AQ-C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C±2 °C。

检测波长：245 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：1000 mg/L，线性范围：178 mg/L~1872 mg/L。

保留时间：乙基多杀菌素-J约17.5 min，乙基多杀菌素-L约22.4 min。

## 6.424 乙螨唑（etoxazole）

### 6.424.1 方法提要

试样用乙腈溶解,以乙腈+水为流动相,使用以X-Peonyx AQ-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器,在波长225 nm下对试样中的乙螨唑进行反相高效液相色谱分离,外标法定量。

#### 6.424.2 试剂和溶液

乙腈:色谱纯。

水。

乙螨唑标样:已知质量分数,  $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.424.3 操作条件

流动相:  $\Psi$ (乙腈:水)=85:15。

色谱柱:250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱,内装X-Peonyx AQ-C<sub>18</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速:1.0 mL/min。

柱温:30  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长:225 nm。

进样体积:5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度:200 mg/L,线性范围:81 mg/L~465 mg/L。

保留时间:乙螨唑约9.7 min。

#### 6.425 乙霉威 (diethofencarb)

##### 6.425.1 方法提要

试样用甲醇溶解,以甲醇+水为流动相,使用以X-Peonyx AQ-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器,在波长245 nm下对试样中的乙霉威进行反相高效液相色谱分离,外标法定量。

##### 6.425.2 试剂和溶液

甲醇:色谱纯。

水。

乙霉威标样:已知质量分数,  $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.425.3 操作条件

流动相:  $\Psi$ (甲醇:水)=63:37。

色谱柱:250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱,内装X-Peonyx AQ-C<sub>18</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速:1.0 mL/min。

柱温:30  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长:245 nm。

进样体积:5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度:200 mg/L,线性范围:38 mg/L~794 mg/L。

保留时间:乙霉威约13.0 min。

#### 6.426 乙蒜素 (ethylicin)

##### 6.426.1 方法提要

试样用乙腈溶解,以乙腈+水为流动相,使用以X-Peonyx AQ-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器,在波长210 nm下对试样中的乙蒜素进行反相高效液相色谱分离,外标法定量。

#### 6.426.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

乙蒜素标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.426.3 操作条件

流动相： $\psi$ （乙腈：水）=30：70。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装X-Peonyx AQ-C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C±2 °C。

检测波长：210 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：1000 mg/L，线性范围：382 mg/L~2088 mg/L。

保留时间：乙蒜素约13.0 min。

#### 6.427 乙羧氟草醚（fluoroglyphen-ethyl）

按GB/T 28129进行。

#### 6.428 乙酰甲胺磷（acephate）

按GB 29384进行。

#### 6.429 乙氧呋草黄（ethofumesate）

##### 6.429.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以乙腈+水+四氢呋喃为流动相，苯甲酸乙酯为内标物，使用以Prodigy ODS-3为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长225 nm下对试样中的乙氧呋草黄进行反相高效液相色谱分离，内标法定量。

注：本方法参考CIPAC 233/TC/M。

##### 6.429.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

甲醇：色谱纯。

四氢呋喃：色谱纯。

水。

一水合柠檬酸。

内标物：苯甲酸乙酯，应没有干扰分析的杂质。

内标溶液：称取0.088 g（精确至0.000 1 g）苯甲酸乙酯，置于100 mL容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀。

乙氧呋草黄标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.429.3 操作条件

流动相： $\psi$ （乙腈：四氢呋喃：水）=325：100：575，用一水合柠檬酸调pH至4.0。

色谱柱：150 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装Prodigy ODS-3、5 μm填充物。

流速：2.0 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于2℃）。

检测波长：225 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：480 mg/L。

保留时间：苯甲酸乙酯约5.6 min，乙氧呋草黄约9.0 min。

#### 6.429.4 溶液的制备

##### 6.429.4.1 标样溶液的制备

称取0.25 g（精确至0.000 1 g）乙氧呋草黄标样，置于50 mL锥形瓶中，加入0.1 g一水合柠檬酸和20 mL甲醇，用移液管移入10 mL内标溶液，超声波振荡5 min，冷却至室温。用移液管移取1 mL上述溶液，置于10 mL容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀。

##### 6.429.4.2 试样溶液的制备

称取含0.25 g（精确至0.000 1 g）乙氧呋草黄的试样，置于50 mL锥形瓶中，加入0.1 g一水合柠檬酸和20 mL甲醇，用与6.429.4.1同一支移液管移入10 mL内标溶液，超声波振荡5 min，冷却至室温。用移液管移取1 mL上述溶液，置于10 mL容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀，过滤。

#### 6.430 乙氧氟草醚（oxyfluorfen）

按HG/T 5124进行。

#### 6.431 乙氧磺隆（ethoxysulfuron）

##### 6.431.1 方法提要

试样用流动相溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以Shim-pack GIST-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长240 nm下对试样中的乙氧磺隆进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.431.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。

乙氧磺隆标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.431.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=55：45。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装Shim-pack GIST-C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.2 mL/min。

柱温：30℃±2℃。

检测波长：240 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：400 mg/L，线性范围：106 mg/L~1471 mg/L。

保留时间：乙氧磺隆约10.3 min。

## 6.432 乙唑螨腈 (cyetpyrafen)

### 6.432.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长230 nm下对试样中的乙唑螨腈进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注：由于乙唑螨腈易光解，在制备标样溶液和试样溶液时，应使用棕色容量瓶。

### 6.432.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=0.5：1000。

乙唑螨腈标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.432.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=80：20。

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于2  $^{\circ}\text{C}$ ）。

检测波长：230 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：141 mg/L~1307 mg/L。

保留时间：乙唑螨腈约7.9 min。

## 6.433 异丙隆 (isoproturon)

### 6.433.1 方法提要

试样用二氯甲烷溶解，以正庚烷+三氯甲烷+乙醇为流动相，乙酰苯胺为内标物，使用以LiChrosorb Si 100为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长254 nm下对试样中的异丙隆进行正相高效液相色谱分离，内标法定量。

注：本方法参考CIPAC 336/TC/M。

### 6.433.2 试剂和溶液

三氯甲烷：色谱纯。

乙醇：色谱纯。

正庚烷：色谱纯。

二氯甲烷：色谱纯。

内标物：乙酰苯胺，应没有干扰分析的杂质。

内标溶液：称取2.5 g（精确至0.01 g）乙酰苯胺，置于1000 mL容量瓶中，用二氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀。

异丙隆标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.433.3 操作条件



流动相： $\psi$ （正庚烷：三氯甲烷：乙醇）=70：15：1。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装LiChrosorb Si 100、5  $\mu$ m填充物。

流速：3.0 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于2  $^{\circ}$ C）。

检测波长：254 nm。

进样体积：10  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：1000 mg/L。

保留时间：异丙隆约7.5 min，乙酰苯胺约12 min。

#### 6.433.4 溶液的制备

##### 6.433.4.1 标样溶液的制备

称取0.25 g（精确0.000 1 g）异丙隆标样，置于250 mL容量瓶中，用移液管移入50 mL内标溶液，用二氯甲烷稀释至刻度，摇匀。

##### 6.433.4.2 试样溶液的制备

称取含0.25 g（精确0.000 1 g）异丙隆的试样，置于250 mL容量瓶中，用与6.433.4.1同一支移液管移入50 mL内标溶液，用二氯甲烷稀释至刻度，摇匀，过滤。

#### 6.434 异丙酯草醚（pyribambenz-isopropyl）

##### 6.434.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相，使用以Wondasil C<sub>18</sub>-WR为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长300 nm下对试样中的异丙酯草醚进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.434.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

异丙酯草醚标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.434.3 操作条件

流动相： $\psi$ （乙腈：水）=80：20。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装Wondasil C<sub>18</sub>-WR、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：35  $^{\circ}$ C  $\pm$  2  $^{\circ}$ C。

检测波长：300 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：400 mg/L，线性范围：98 mg/L~1206 mg/L。

保留时间：异丙酯草醚约6.4 min。

#### 6.435 异噁草松（clomazone）

按GB/T 24751进行。

#### 6.436 异噁唑草酮（isoxaflutole）

#### 6.436.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相，使用以Shim-pack GIST-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长270 nm下对试样中的异噁唑草酮进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.436.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

异噁唑草酮标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.436.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：水）=55：45。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装Shim-pack GIST-C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.2 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}$ C $\pm$ 2  $^{\circ}$ C。

检测波长：270 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：400 mg/L，线性范围：113 mg/L~1517 mg/L。

保留时间：异噁唑草酮约10.2 min。

#### 6.437 异菌脲（iprodione）

按HG/T 5126进行。

#### 6.438 异噁菌胺（isotianil）

##### 6.438.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以Wondasil C<sub>18</sub>-WR为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长254 nm下对试样中的异噁菌胺进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.438.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。

异噁菌胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.438.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=70：30。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装Wondasil C<sub>18</sub>-WR、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：35  $^{\circ}$ C $\pm$ 2  $^{\circ}$ C。

检测波长：254 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：400 mg/L，线性范围：119 mg/L~1500 mg/L。

保留时间：异噻菌胺约6.1 min。

#### 6.439 抑霉唑硫酸盐 (imazalil sulfate)

##### 6.439.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+缓冲溶液为流动相，使用以Wondasil C<sub>18</sub>-WR为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长225 nm下对试样中的抑霉唑进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注：抑霉唑硫酸盐中硫酸根离子质量分数测定按附录N进行。

##### 6.439.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸二氢钾。

缓冲溶液：称取1.35 g（精确至0.001 g）磷酸二氢钾，溶于1000 mL水中，用磷酸调pH至3.0，混合均匀。

抑霉唑标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.439.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：缓冲溶液）=65：35。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装Wondasil C<sub>18</sub>-WR、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：0.8 mL/min。

柱温：35  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：225 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：400 mg/L，线性范围：102 mg/L~1411 mg/L。

保留时间：抑霉唑约7.5 min。

#### 6.440 抑食肼

##### 6.440.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以Wondasil C<sub>18</sub>-WR为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长230 nm下对试样中的抑食肼进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.440.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。

抑食肼标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.440.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=70：30。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装Wondasil C<sub>18</sub>-WR、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：35 °C ± 2 °C。

检测波长：230 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：400 mg/L，线性范围：106 mg/L~1595 mg/L。

保留时间：抑食肼约4.3 min。

#### 6.441 抑芽丹(maleic hydrazide)

##### 6.441.1 方法提要

试样用适量氢氧化钠溶液溶解、水稀释，以硫酸钠+磷酸二氢钾溶液为流动相，使用以 XBrige C<sub>18</sub> 为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长 285 nm 下对试样中的抑芽丹进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注：制备抑芽丹标样和原药溶液时，应先加入定容体积百分之一左右的1 mol/L氢氧化钠溶液溶解。

##### 6.441.2 试剂和溶液

水。

硫酸钠。

磷酸二氢钾。

氢氧化钠。

氢氧化钠溶液： $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/L}$ 。

抑芽丹标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.441.3 操作条件

流动相：称取14.2 g（精确至0.01 g）硫酸钠和6.8 g（精确至0.01 g）磷酸二氢钾，溶于1000 mL水中，混合均匀。

色谱柱：250 mm × 4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装XBrige C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C ± 2 °C。

检测波长：285 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：400 mg/L，线性范围：211 mg/L~801 mg/L。

保留时间：抑芽丹约5.7 min。

#### 6.442 吲哚丁酸(4-indol-3-ylbutyric acid)

##### 6.442.1 方法提要

试样用适量乙醇溶解、乙腈稀释，以乙腈+甲酸溶液为流动相，使用以XBrige C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长280 nm下对试样中的吲哚丁酸进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注：制备吲哚丁酸溶液时，应先加入定容体积十分之一左右的乙醇溶解。

##### 6.442.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

乙醇：色谱纯。

水。

甲酸。

甲酸溶液： $\Psi$ （甲酸：水）=1：1000。

吲哚丁酸标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.442.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：甲酸溶液）=40：60。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装XBrige C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C±2 °C。

检测波长：280 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：40 mg/L，线性范围：20 mg/L~80 mg/L。

保留时间：吲哚丁酸约6.7 min。

## 6.443 吲哚乙酸(indol-3-ylacetic acid)

### 6.443.1 方法提要

试样用乙醇溶解，以乙腈+甲酸溶液为流动相，使用以ZORBAX Eclipse XDB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长280 nm下对试样中的吲哚乙酸进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.443.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

乙醇：色谱纯。

水。

甲酸。

甲酸溶液： $\Psi$ （甲酸：水）=1：1000。

吲哚乙酸标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.443.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：甲酸溶液）=25：75。

色谱柱：150 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX Eclipse XDB-C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C±2 °C。

检测波长：280 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：4 mg/L，线性范围：1 mg/L~20 mg/L。

保留时间：吲哚乙酸约6.3 min。

## 6.444 印楝素(azadirachtin)

### 6.444.1 方法提要

试样用稀释溶剂溶解，以乙腈+水为流动相，使用以Luna（2）为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长214 nm下对试样中的印楝素A进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.444.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

乙腈：色谱纯。

水。

稀释溶剂： $\Psi$ （甲醇：水）=50：50

印楝素标样：已知印楝素A质量分数， $\omega \geq 90.0\%$ 。

#### 6.444.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：水）=35：65。

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装Luna (2)、3  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：214 nm。

进样体积：20  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：100 mg/L。

保留时间：印楝素A约14.2 min。

#### 6.445 茚虫威(indoxacarb)

按HG/T 4933进行。

#### 6.446 蝇毒磷(coumaphos)

##### 6.446.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以XBrige C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长282 nm下对试样中的蝇毒磷进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.446.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

蝇毒磷标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.446.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：水）=70：30。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装XBrige C<sub>18</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：282 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：50 mg/L，线性范围：19 mg/L~98 mg/L。

保留时间：蝇毒磷约11.6 min。

#### 6.447 右旋胺菊酯(d-tetramethrin)

按HG/T 4925进行。

#### 6.448 右旋苯醚菊酯(d-phenothrin)

按NY/T 3572进行。

#### 6.449 鱼藤酮(rotenone)

##### 6.449.1 方法提要

试样用二噁烷溶解，以甲醇+水为流动相，使用以Partisil-5 ODS-3为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长270 nm下对试样中的鱼藤酮进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注：本方法参考CIPAC 38/DP/(M)。

##### 6.449.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

二噁烷：色谱纯。

水。

鱼藤酮标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.449.3 操作条件

流动相： $\psi$ （甲醇：水）= 75：25。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装Partisil-5 ODS-3、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于2  $^{\circ}\text{C}$ ）。

检测波长：280 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：400 mg/L。

保留时间：鱼藤酮约10.8 min。

#### 6.450 甾烯醇( $\beta$ -sitosterol)

##### 6.450.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇为流动相，使用以ZORBAX Eclipse XDB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长208 nm下对试样中的甾烯醇进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.450.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

甾烯醇标样：已知质量分数， $\omega \geq 90.0\%$ 。

##### 6.450.3 操作条件

流动相：甲醇。

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX Eclipse XDB-C<sub>18</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：208 nm。

进样体积：10  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：50 mg/L，线性范围：20 mg/L~103 mg/L。

保留时间：甾烯醇约11.2 min。

#### 6.451 樟脑(camphor)

##### 6.451.1 方法提要

试样用乙醇溶解，以乙腈+水为流动相，使用以ZORBAX Eclipse XDB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长290 nm下对试样中的樟脑进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.451.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

乙醇：色谱纯。

水。

樟脑标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.451.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：水）=45：55。

色谱柱：150 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX Eclipse XDB-C<sub>18</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：290 nm。

进样体积：20  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：200 mg/L，线性范围：83 mg/L~418 mg/L。

保留时间：樟脑约5.2 min。

#### 6.452 种菌唑(ipconazole)

##### 6.452.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+乙腈+水为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长221 nm下对试样中的种菌唑进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.452.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

甲醇：色谱纯。

水。

种菌唑标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.452.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：乙腈：水）=60：15：25。

色谱柱：250 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.2 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于2  $^{\circ}\text{C}$ ）。

检测波长：221 nm。

进样体积：10  $\mu\text{L}$ 。



有效成分推荐浓度：400 mg/L，线性范围：155 mg/L~1167 mg/L。

保留时间：种菌唑反式体约9.7 min，种菌唑顺式体约10.6 min。

#### 6.453 仲丁灵 (butralin)

##### 6.453.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以Infinity Lab Poroshell 120 EC-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长236 nm下对试样中的仲丁灵进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.453.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液：用磷酸将水的pH调至3.0。

仲丁灵标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.453.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=70：30。

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装Infinity Lab Poroshell 120 EC-C<sub>18</sub>、3.5 μm填充物。

流速：0.8 mL/min。

柱温：30 °C ±2 °C。

检测波长：236 nm。

进样体积：10 μL。

有效成分推荐浓度：100 mg/L，线性范围：19 mg/L~198 mg/L。

保留时间：仲丁灵约12.8 min。

#### 6.454 仲丁威 (fenobucarb)

按HG/T 3619进行。

#### 6.455 唑草酮 (carfentrazone-ethyl)

##### 6.455.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+磷酸溶液为流动相，使用以Infinity Lab Poroshell 120 SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长245 nm下对试样中的唑草酮进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.455.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。

唑草酮标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.455.3 操作条件

流动相：梯度洗脱条件如下。

时间/min	甲醇/% (V/V)	磷酸溶液/% (V/V)
0.0	55	45
10.0	65	35
24.0	65	35

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装InfinityLab Poroshell 120 SB-C<sub>18</sub>、2.7 μm填充物。

流速：0.6 mL/min。

柱温：40 °C±2 °C。

检测波长：245 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：200 mg/L，线性范围：40 mg/L~402 mg/L。

保留时间：唑草酮约18.5 min。

## 6.456 唑虫酰胺(tolifenpyrad)

### 6.456.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+磷酸溶液为流动相，使用以ZORBAX Eclipse Plus C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长230 nm下对试样中的唑虫酰胺进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.456.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。

唑虫酰胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.456.3 操作条件

流动相：梯度洗脱条件如下。

时间/min	甲醇/% (V/V)	磷酸溶液/% (V/V)
0.0	60	40
11.0	75	25
20.0	75	25

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX Eclipse Plus C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：35 °C±2 °C。

检测波长：230 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：200 mg/L，线性范围：40 mg/L~401 mg/L。

保留时间：唑虫酰胺约18.0 min。

## 6.457 唑菌酯(pyraoxystrobin)

### 6.457.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长280 nm下对试样中的唑菌酯进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注：本方法参考CIPAC 964/TC/(M)。

#### 6.457.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

唑菌酯标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.457.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：水）=60：40。

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.3 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：280 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：400 mg/L。

保留时间：唑菌酯约6.4 min。

#### 6.458 唑啉草酯 (pinoxaden)

##### 6.458.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以ZORBAX Extend-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长260 nm下对试样中的唑啉草酯进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.458.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。

唑啉草酯标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.458.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （乙腈：磷酸溶液）=60：40。

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX Extend-C<sub>18</sub>、3.5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：40  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：260 nm。

进样体积：10  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：120 mg/L，线性范围：24 mg/L~192 mg/L。

保留时间：唑啉草酯约4.2 min。

#### 6.459 唑螨酯 (fenpyroximate)

#### 6.459.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以ZORBAX Eclipse Plus C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长236 nm下对试样中的唑螨酯进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 6.459.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

唑螨酯标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 6.459.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：水）=80：20。

色谱柱：150 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX Eclipse Plus C<sub>18</sub>、5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：1.5 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：236 nm。

进样体积：10  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：250 mg/L，线性范围：50 mg/L~377 mg/L。

保留时间：唑螨酯约7.9 min。

#### 6.460 三唑磺草酮

##### 6.460.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+磷酸溶液为流动相，使用以ZORBAX Extend-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长240 nm下对试样中的三唑磺草酮进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

##### 6.460.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液：用磷酸将水的pH调至4.0。

三唑磺草酮标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

##### 6.460.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：磷酸溶液）=58：42。

色谱柱：150 mm×4.6 mm（i.d.）不锈钢柱，内装ZORBAX Extend-C<sub>18</sub>、3.5  $\mu\text{m}$ 填充物。

流速：0.8 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}\text{C} \pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：240 nm。

进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

有效成分推荐浓度：400 mg/L，线性范围：80 mg/L~804 mg/L。

保留时间：三唑磺草酮约9.2 min。

#### 6.461 唑啉磺草胺 (flumetsulam)

### 6.461.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+冰乙酸溶液为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长268 nm下对试样中的唑啉磺草胺进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.461.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

冰乙酸。

冰乙酸溶液： $\Psi$ （冰乙酸：水）=1：1000。

唑啉磺草胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.461.3 操作条件

流动相： $\Psi$ （甲醇：冰乙酸溶液）=40：60。

色谱柱：250 mm×4.0 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30  $^{\circ}$ C  $\pm$  2  $^{\circ}$ C。

检测波长：268 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

有效成分推荐浓度：500 mg/L，线性范围：99 mg/L~989 mg/L。

保留时间：唑啉磺草胺约 6.2 min。

## 6.462 唑啉菌胺 (initium)

### 6.462.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+磷酸溶液为流动相，使用以ZORBAX Eclipse Plus C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长294 nm下对试样中的唑啉菌胺进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 6.462.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水。

磷酸。

磷酸溶液： $\Psi$ （磷酸：水）=1：1000。

唑啉菌胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 6.462.3 操作条件

流动相：梯度洗脱条件如下。

时间/min	甲醇/% (V/V)	磷酸溶液/% (V/V)
0.0	10	90
1.0	70	30
3.0	80	20
12.0	80	20

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX Eclipse Plus C<sub>18</sub>、5  $\mu$ m填充物。

NY/T XXXXX—XXXX

流速：1.0 mL/min。

柱温：35 °C ± 2 °C。

检测波长：294 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：100 mg/L，线性范围：19 mg/L~195 mg/L。

保留时间：唑啉菌胺约7.1 min。

## 附录 A

(规范性)

## 2,4-滴三乙醇胺盐中三乙醇胺离子质量分数离子色谱测定方法

## A.1 方法提要

试样用水溶解，以甲基磺酸溶液为淋洗液，使用阳离子分析柱和电导检测器，对试样中的三乙醇胺离子进行离子色谱分离，外标法定量。

## A.2 试剂和溶液

水。

甲基磺酸。

三乙醇胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

## A.3 操作条件

淋洗液：甲基磺酸溶液， $c = 15 \text{ mmol/L}$ 。

色谱柱：250 mm × 5.0 mm (i.d.) Dionex IonPac CS16 阳离子分析柱。

流速：2.0 mL/min。

色谱柱温度：30 °C ± 2 °C。

电导池温度：30 °C ± 2 °C。

进样体积：25 μL。

有效成分推荐浓度：20 mg/L，线性范围：5 mg/L ~ 100 mg/L。

保留时间：三乙醇胺约13.1 min。

附录 B  
(规范性)

琥胶肥酸铜中铜离子质量分数化学滴定测定方法

B.1 方法提要

试样在酸性介质中溶解，加入适量的碘化钾与二价铜作用，析出等量碘，用硫代硫酸钠标准溶液滴定析出的碘，从消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积，计算试样中铜离子的质量分数。

B.2 试剂和溶液

水。

硫酸。

硫代硫酸钠。

氟化钠。

碘化钾。

硫氰酸铵。

硫酸溶液： $\Psi$ （硫酸：水）=10：90。

硫代硫酸钠标准滴定溶液： $c$ （ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ）=0.1 mol/L，按GB/T 601配制。

可溶性淀粉溶液：10 g/L，按GB/T 603配制。

B.3 测定步骤

称取含0.1 g（精确至0.000 1g）铜的试样，置于250 mL锥形瓶中，缓慢加入50 mL硫酸溶液，充分搅拌，转移到漏斗中，过滤。滤液收集于250 mL碘量瓶中，用30 mL硫酸溶液分三次洗涤锥形瓶和滤渣，收集滤液置于上述碘量瓶中，加入1.0 g氟化钠充分溶解后，加入2.0 g碘化钾，立即水封瓶口，摇匀，避光放置10 min，用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至浅黄色时，加入1 g（精确至0.01g）硫氰酸铵，摇匀，加入2 mL可溶性淀粉溶液，继续滴定至蓝色消失。同时做空白测定。

B.4 计算

试样中铜离子的质量分数按式（B.1）计算：

$$\omega = \frac{c \times (V_1 - V_0) \times M}{m \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (B.1)$$

式中：

$\omega$ ——试样中铜离子的质量分数，以%表示；

$c$ ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

$V_1$ ——滴定试样溶液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；



$V_2$ ——滴定空白溶液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

$M$ ——铜的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=63.55$ ）；

$m$ ——试样的质量，单位为克（g）。

## 附录 C

(规范性)

### 氯化胆碱中氯离子质量分数离子色谱测定方法

#### C.1 方法提要

试样用水溶解，以氢氧化钾溶液为淋洗液，使用阴离子分析柱和电导检测器，对试样中的氯离子进行离子色谱分离，外标法定量。

#### C.2 试剂和溶液

水。

氢氧化钾。

氯化钠标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### C.3 操作条件

淋洗液：氢氧化钾溶液， $c = 12 \text{ mmol/L}$ 。

色谱柱：250 mm × 4.0 mm (i.d.) Dionex IonPac AS11-HC阴离子分析柱。

流速：1.0 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于2 °C）。

电导池温度：室温（温度变化应不大于2 °C）。

进样体积：10 μL。

有效成分推荐浓度：1.4 mg/L，线性范围：0.7 mg/L ~ 2.2 mg/L。

保留时间：氯离子约5.8 min。

附 录 D  
(规范性)  
咪鲜胺锰盐中锰离子质量分数测定方法

#### D.1 方法提要

试样用水溶解，以甲基磺酸溶液为淋洗液，使用阳离子分析柱和电导检测器，对试样中的锰离子进行离子色谱分离，外标法定量。

#### D.2 试剂和溶液

水。

甲基磺酸。

氯化锰标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### D.3 操作条件

淋洗液：甲基磺酸溶液， $c = 12 \text{ mmol/L}$ 。

色谱柱：250 mm×4.0 mm (i.d.) Dionex IonPac CS12A阳离子分析柱。

流速：1.0 mL/min。

柱温：25 °C ± 2 °C。

电导池温度：35 °C ± 2 °C。

进样体积：10 μL。

有效成分推荐浓度：10 mg/L，线性范围：2 mg/L~20 mg/L。

保留时间：锰离子约22.0 min。

## 附录 E

(规范性)

## 壬菌铜中铜离子质量分数化学滴定测定方法

## E.1 方法提要

试样在pH 9~10的条件下,加入氨-氯化铵缓冲溶液,以1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚为指示剂,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定,测定试样中铜离子的质量分数。

## E.2 试剂和溶液

异丙醇。

水。

一水合柠檬酸。

氨水。

无水乙醇。

乙二胺四乙酸二钠。

1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚。

柠檬酸溶液:  $\rho(\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}) = 200 \text{ g/L}$ 。

氨水溶液:  $\Psi(\text{氨水} : \text{水}) = 50 : 50$ 。

氨-氯化铵缓冲溶液(pH $\approx$ 10):称取54 g(精确至0.01 g)氯化铵,溶于水中,加入350 mL氨水,用水稀释至1000 mL,混合均匀。

乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液:  $c(\text{EDTA}) = 0.05 \text{ mol/L}$ ,按GB/T 601配制。

1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚指示剂:称取0.2 g(精确至0.01 g)1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚,用无水乙醇溶解并稀释至100 mL,混合均匀。

## E.3 测定步骤

称取含0.5 g(精确至0.000 1 g)壬菌铜的试样,置于250 mL锥形瓶中,加入50 mL水,摇匀后加入15 mL异丙醇和5 mL柠檬酸溶液,滴加氨水溶液至溶液呈深蓝色,依次加入10 mL氨-氯化铵缓冲溶液、10滴1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚指示液,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至溶液由紫红色变为绿色为终点。同时做空白测定。

## E.4 计算

试样中铜离子的质量分数按式(E.1)计算:

$$\omega = \frac{c \times (V_1 - V_0) \times M}{m \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots \text{(E.1)}$$

式中:

$\omega$ ——试样中铜离子的质量分数,以%表示;

- $V_1$ ——滴定试样溶液时，消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；
- $V_0$ ——滴定空白溶液时，消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；
- $c$ ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；
- $M$ ——铜的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol） [ $M(\text{Cu}) = 63.55$ ]；
- $m$ ——试样的质量，单位为克（g）。

附录 F  
(规范性)

三氯吡氧乙酸三乙胺盐中三乙胺离子质量分数离子色谱测定方法

F.1 方法提要

试样用水溶解，以甲基磺酸溶液为淋洗液，使用阳离子分析柱和电导检测器，对试样中的三乙胺离子进行离子色谱分离，外标法定量。

F.2 试剂和溶液

水。

甲基磺酸。

三乙胺盐酸盐标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

F.3 操作条件

淋洗液：甲基磺酸溶液， $c=60$  mmol/L。

色谱柱：250 mm×4.0 mm (i.d.) Dionex IonPac CS12A阳离子分析柱。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30 °C±2 °C。

电导池温度：35 °C±2 °C。

进样体积：10 μL。

有效成分推荐浓度：100 mg/L，线性范围：21 mg/L~316 mg/L。

保留时间：三乙胺离子约 9.0 min。

## 附 录 G

(规范性)

## 噻菌铜中铜离子质量分数分光光度测定方法

## G.1 方法提要

试样用硝酸+双氧水消解后，加入氨-氯化铵缓冲溶液与铜离子反应形成蓝色络合物，使用紫外-可见分光光度计在625 nm下测定吸光度，计算试样中铜离子的质量分数。

## G.2 试剂和溶液

水。

硝酸。

双氧水。

氯化铵。

氨水。

硝酸溶液： $\Psi$ （硝酸：水）=50：50。

氨-氯化铵缓冲溶液（pH $\approx$ 10）：称取54 g（精确至0.01 g）氯化铵，溶于水中，加入350 mL氨水，用水稀释至1000 mL，混合均匀。

铜粉标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

铜离子标准储备溶液：称取1.2 g（精确至0.000 1 g）铜粉，置于烧杯中，缓慢加入30 mL硝酸溶液溶解，冷却至室温，转移至500 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

## G.3 仪器和设备

恒温湿式消解仪。

紫外-可见分光光度计。

石英比色皿：1 cm。

## G.4 测定步骤

## G.4.1 标准曲线的绘制

用移液管移取1 mL、2 mL、3 mL、4 mL、5 mL铜离子标准储备溶液，分别置于25 mL容量瓶中，用移液管移入15 mL氨-氯化铵缓冲溶液，用水稀释至刻度，摇匀，静置15 min。同时制备标样空白溶液。

以标样空白溶液为参比，于波长625 nm处测定各标样溶液的吸光度，以铜离子质量浓度为横坐标，吸光度为纵坐标绘制标准曲线。

## G.4.2 试样的测定

称取含0.2 g（精确至0.000 1 g）噻菌铜的试样，置于50 mL玻璃消解管中，缓慢加入8 mL硝酸和1 mL双氧水，130 ℃加热消解至近干，冷却至室温，用水转移至25 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。上述溶液使用定性滤纸过滤，前5 mL滤液舍弃，收集后续滤液。用移液管移取后续滤液5 mL，置于25 mL容量瓶中，用移液管移入15 mL氨-氯化铵缓冲溶液，用水稀释至刻度，摇匀，静置15 min。同时制备试样空白溶液。

以试样空白溶液为参比，于波长625 nm处测定试样溶液的吸光度，在标准曲线上查得相应的铜离子质量浓度。

#### G.4.3 计算

试样中铜离子的质量分数按式（G.1）计算：

$$\omega = \frac{c \times V \times 5}{m \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (G.1)$$

式中：

- $\omega$ ——试样中铜离子的质量分数，以%表示；
- $c$ ——试样溶液中铜离子质量浓度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；
- $V$ ——试样消解后的定容体积（ $V=25$ ），单位为毫升（mL）；
- 5——试样稀释倍数；
- $m$ ——试样的质量，单位为克（g）；
- 1000——换算系数。



## 附录 H

(规范性)

## 噻唑锌中锌离子质量分数分光光度测定方法

## H.1 方法提要

试样用浓硝酸+双氧水加热消解后,加入锌试剂与锌离子发生显色反应,使用紫外-可见分光光度计在620 nm下测定吸光度,计算试样中锌离子的质量分数。

## H.2 试剂和溶液

水。

硝酸。

双氧水。

浓盐酸。

锌试剂。

硼酸。

氯化钾。

氢氧化钠。

氢氧化钠溶液:  $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/L}$ 。

20%盐酸溶液: 按GB/T 603配制。

0.2%锌试剂溶液: 称取0.2 g (精确至0.01 g) 锌试剂,置于100 mL棕色容量瓶中,加入2 mL氢氧化钠溶液,用水稀释至刻度,摇匀。(该溶液必须使用前配制)

缓冲溶液 (pH8.8~9.0): 称取37.3 g (精确至0.01 g) 氯化钾、31 g (精确至0.01 g) 硼酸和8.4 g (精确至0.01 g) 氢氧化钠,溶于1000 mL水中,混合均匀。

氧化锌标样: 已知质量分数,  $\omega \geq 98.0\%$ 。(使用前应在800 °C ± 50 °C 高温炉中灼烧至恒重)

锌离子标准储备溶液: 称取0.12 g (精确至0.000 1 g) 氧化锌标样,置于1000 mL容量瓶中,加入6 mL盐酸溶液溶解,用水稀释至刻度,摇匀。 $[\rho(\text{Zn}^{2+}) = 0.1 \text{ g/L}]$

锌离子标准工作溶液: 用移液管移取10 mL锌离子标准储备溶液,置于100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。 $[\rho(\text{Zn}^{2+}) = 0.01 \text{ g/L}]$

## H.3 仪器和设备

恒温湿式消解仪。

紫外-可见分光光度计。

石英比色皿: 1 cm。

## H.4 测定步骤

## H.4.1 标准曲线的绘制

用移液管移取1 mL、2 mL、3 mL、4 mL、5 mL锌离子标准工作溶液，分别置于50 mL棕色容量瓶中，加入30 mL水，用移液管移入10 mL缓冲溶液，摇匀；用移液管移入2 mL 0.2%锌试剂溶液，用水稀释至刻度，摇匀，静置10 min。同时制备标样空白溶液。

以标样空白溶液为参比，于波长620 nm处测定各标样溶液的吸光度，以锌离子质量浓度为横坐标，吸光度为纵坐标绘制标准曲线。

#### H. 4. 2 试样的测定

称取含0.2 g（精确至0.000 1 g）噻唑锌的试样，置于50 mL玻璃消解管中，缓慢加入8 mL硝酸和1 mL双氧水，轻轻摇匀，130 ℃加热消解至近干，冷却至室温，用6 mL盐酸溶液转移至1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。用移液管移取1 mL上述溶液，置于50 mL棕色容量瓶中，加入30 mL水，用移液管移入10 mL缓冲溶液，摇匀；用移液管移入2 mL 0.2%锌试剂溶液，用水稀释至刻度，摇匀，静置10 min。同时制备试样空白溶液。

以试样空白溶液为参比，于波长620 nm处测定试样溶液的吸光度，在标准曲线上查得相应的锌离子质量浓度。

#### H. 4. 3 计算

试样中锌离子的质量分数按式（H.1）计算：

$$\omega = \frac{c \times V \times 50}{m \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots \text{(H.1)}$$

式中：

- $\omega$ ——试样中锌离子的质量分数，以%表示；
- $c$ ——试样溶液中锌离子质量浓度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；
- $V$ ——试样消解后的定容体积（ $V=1000$ ），单位为毫升（mL）；
- 50——试样稀释倍数；
- $m$ ——试样的质量，单位为克（g）；
- 1000——换算系数。

## 附录 I

(规范性)

## 三唑锡中锡离子质量分数分光光度测定方法

## 1.1 方法提要

试样经消化后，在弱酸性溶液中四价锡离子与苯芴酮形成微溶性橙红色络合物，在保护性胶体存在下于490 nm处测定其吸光度，计算试样中锡离子的质量分数。

## 1.2 试剂和溶液

乙醇：色谱纯。

甲醇：色谱纯。

水。

酒石酸。

抗坏血酸。

酚酞。

氨水。

硫酸。

硝酸。

高氯酸。

苯芴酮。

动物胶（明胶）。

酒石酸溶液： $\rho=100\text{ g/L}$ 。

抗坏血酸溶液： $\rho=10\text{ g/L}$ 。（该溶液必须使用前配制）

动物胶溶液： $\rho=5\text{ g/L}$ 。（该溶液必须使用前配制）

氨水溶液： $\Psi$ （氨水：水）=50：50。

硫酸溶液： $\Psi$ （硫酸：水）=10：90。

硝酸-高氯酸混合酸： $\Psi$ （硝酸：高氯酸）=4：1。

苯芴酮溶液：称取0.01 g（精确至0.001 g）苯芴酮，置于100 mL容量瓶中，加入少量甲醇及数滴硫酸溶解，用甲醇稀释至刻度，摇匀。

酚酞指示剂： $\rho=10\text{ g/L}$ ，按GB/T 603配制。

金属锡标样：已知质量分数， $\omega\geq 98.0\%$ 。

锡标准储备溶液：称取0.25 g（精确到0.000 1 g）金属锡标样，置于100 mL烧杯中，加入10 mL硫酸，盖上表面皿，加热至120 ℃至锡完全溶解，移去表面皿，继续加热至180 ℃产生浓白烟后，冷却至室温，缓慢加入50 mL水，转移至100 mL容量瓶中，用硫酸溶液多次洗涤烧杯，将洗涤液并入容量瓶中，用硫酸溶液稀释至刻度，摇匀。

锡标准工作溶液：用移液管移取1 mL锡标准储备溶液，置于250 mL容量瓶中，用硫酸溶液稀释至刻度，摇匀。

## 1.3 仪器和设备

分光光度计。  
控温加热板。  
石英比色皿：2 cm。  
比色管：25 mL。

#### 1.4 测定步骤

##### 1.4.1 标准曲线的绘制

用吸量管移取0.1mL、0.2 mL、0.4 mL、0.6 mL、0.8 mL、1.0 mL锡标准工作溶液，分别置于25 mL比色管中，加入0.5 mL酒石酸溶液和1滴酚酞指示剂，摇匀；加入适量氨水溶液中和至淡红色，加入3 mL硫酸溶液、1 mL动物胶溶液和2.5 mL抗坏血酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀；加入2 mL苯芴酮溶液，摇匀，静置1 h。同时制备标样空白溶液。

以标样空白溶液为参比，于波长490 nm处测定各标样溶液的吸光度，以锡离子质量为横坐标，吸光度为纵坐标绘制标准曲线。

##### 1.4.2 试样的测定

称取含0.005 g（精确至0.000 01 g）锡的试样，置于50 mL高脚烧杯中，加入10 mL硝酸-高氯酸混合酸、2.5 mL硫酸溶液和3粒玻璃珠，混合均匀，盖上表面皿；室温通风放置24 h后，加热至120 °C微沸，保持微沸消化4 h，移去表面皿；继续加热至180 °C消化，若溶液过少或溶液变成黑色时，可加入适量硝酸；继续消化至冒白烟，待溶液澄清，体积近2.5 mL时，冷却至室温；将澄清液转移至1000 mL容量瓶中，用75 mL硫酸溶液分三次洗涤烧杯，每次超声波振荡5 min；将洗涤液并入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。用移液管移取1 mL上述溶液，置于25 mL比色管中，加入0.5 mL酒石酸溶液和1滴酚酞指示剂，摇匀；加入适量氨水溶液中和至淡红色，加入3 mL硫酸溶液、1 mL动物胶溶液和2.5 mL抗坏血酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀；加入2 mL苯芴酮溶液，摇匀，静置1 h。

同时制备试样空白溶液。

以试样空白溶液为参比，于波长490 nm处测定试样溶液的吸光度，在标准曲线上查得相应的锡离子质量。

##### 1.4.3 计算

试样中锡离子的质量分数按式（I.1）进行计算

$$\omega = \frac{m_1 \times V_1}{m_2 \times V_2 \times 10000} \dots\dots\dots (I.1)$$

式中：

- ω——试样中锡离子的质量分数，以%表示；
- m<sub>1</sub>——试样溶液中锡离子的质量，单位为微克（μg）；
- V<sub>1</sub>——试样消化液的定容体积（V<sub>1</sub>=1000），单位为毫升（mL）；
- m<sub>2</sub>——试样的质量，单位为克（g）；
- V<sub>2</sub>——测定用试样消化液的体积（V<sub>2</sub>=1），单位为毫升（mL）；
- 10000——换算系数。

## 附录 J

(规范性)

## 杀虫环中草酸根离子质量分数离子色谱测定方法

## J.1 方法提要

试样用水溶解，以碳酸盐缓冲溶液为淋洗液，使用阴离子分析柱和电导检测器，对试样中的草酸根离子进行草酸根离子分离，以外标法定量。

## J.2 试剂和溶液

水。

碳酸钠。

碳酸氢钠。

碳酸盐缓冲溶液：称取适量碳酸钠和碳酸氢钠，溶于一定量的水中，配制成4.0 mmol/L碳酸钠和1.2 mmol/L碳酸氢钠溶液，混合均匀。

草酸钠标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

## J.3 操作条件

淋洗液：碳酸盐缓冲溶液。

色谱柱：250 mm×4.0 mm (i.d.) Dionex IonPac AS19 阴离子分析柱。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30℃±2℃。

电导池温度：35℃±2℃。

进样体积：10 μL。

有效成分推荐浓度：100 mg/L，线性范围：20 mg/L~201 mg/L。

保留时间：草酸根离子约27.8 min。

附录 K  
(规范性)

杀螺胺乙醇胺盐中乙醇胺离子质量分数离子色谱测定方法

K.1 方法提要

试样用水溶解，以甲基磺酸溶液为淋洗液，使用阳离子分析柱和电导检测器，对试样中的乙醇胺离子进行离子色谱分离，外标法定量。

K.2 试剂和溶液

水。

甲基磺酸。

乙醇胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

K.3 操作条件

淋洗液：甲基磺酸溶液， $c=20 \text{ mmol/L}$ 。

色谱柱：250 mm×4.0 mm (i.d.) Dionex IonPac CS12A阳离子分析柱。

流速：1.0 mL/min。

柱温：35℃±2℃。

电导池温度：35℃±2℃。

进样体积：2 μL。

有效成分推荐浓度：25 mg/L，线性范围：5 mg/L~47 mg/L。

保留时间：乙醇胺离子约4.8 min。

## 附录 L

(规范性)

## 双胍三辛烷基苯磺酸盐中烷基苯磺酸质量分数液相色谱测定方法

## L.1 方法提要

试样用稀释溶剂溶解，以乙腈+缓冲溶液为流动相，使用以ZORBAX SB-C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长205 nm下对试样中的烷基苯磺酸进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

注：本方法中烷基苯磺酸为C<sub>10</sub>~C<sub>13</sub>的混合物。

## L.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水。

稀释溶剂： $\psi$ （乙腈：水）=40：60。

缓冲溶液：称取0.5 g（精确至0.01 g）1-辛烷磺酸钠和1 g（精确至0.01 g）甲烷磺酸，溶于1000 mL水中，混合均匀。

烷基苯磺酸（C<sub>10</sub>~C<sub>13</sub>）标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

## L.3 操作条件

流动相：梯度洗脱条件如下。

时间/min	乙腈/% (V/V)	缓冲溶液/% (V/V)
0.0	20	80
3.0	20	80
4.0	53	47
50.0	53	47

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装ZORBAX SB-C<sub>18</sub>、5 μm填充物。

流速：0.8 mL/min。

柱温：30 °C ± 2 °C。

检测波长：205 nm。

进样体积：5 μL。

有效成分推荐浓度：600 mg/L，线性范围：196 mg/L~981 mg/L。

保留时间：烷基苯磺酸约15.0~45.0 min。

## 附录 M

(规范性)

### 调环酸钙中钙离子质量分数离子色谱测定方法

#### M.1 方法提要

试样用盐酸溶液溶解、水稀释，以甲基磺酸溶液为淋洗液，使用阳离子分析柱和电导检测器，对试样中的钙离子进行离子色谱分离，外标法定量。

#### M.2 试剂和溶液

水。

甲基磺酸。

浓盐酸。

盐酸溶液： $c(\text{HCl}) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

氯化钙标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### M.3 操作条件

淋洗液：甲基磺酸溶液， $c = 20 \text{ mmol/L}$ 。

色谱柱：250 mm×4.0 mm (i.d.) Dionex IonPac CS12A阳离子分析柱。

流速：1.0 mL/min。

柱温：室温（温度变化应不大于 2 °C）。

电导池温度：35 °C±2 °C。

进样体积：25 μL。

有效成分推荐浓度：1 mg/L，线性范围：0.4 mg/L~2 mg/L。

保留时间：钙离子约 11.2 min。

#### M.4 溶液的制备

##### M.4.1 标样溶液的制备

称取0.03 g（精确至0.000 01 g）氯化钙标样，置于100 mL容量瓶中，用水溶解并稀释至刻度，摇匀。用移液管移取1 mL上述溶液，置于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

##### M.4.2 试样溶液的制备

称取含0.07 g（精确至0.000 01 g）调环酸钙的试样，置于100 mL容量瓶中，加入5 mL盐酸溶液溶解，用水稀释至刻度，摇匀。用移液管移取1 mL上述溶液，置于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。



## 附录 N

(规范性)

## 抑霉唑硫酸盐中硫酸根离子质量分数离子色谱测定方法

## N.1 方法提要

试样用水溶解，以碳酸盐缓冲溶液为淋洗液，使用阴离子分析柱和电导检测器，对试样中的硫酸根离子进行离子色谱分离，外标法定量。

## N.2 试剂和溶液

水。

碳酸钠。

碳酸氢钠。

碳酸盐缓冲溶液：称取适量碳酸钠和碳酸氢钠，溶于一定量的水中，配制成2.4 mmol/L碳酸钠和6.0 mmol/L碳酸氢钠水溶液，混合均匀。

硫酸钠标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

## N.3 操作条件

淋洗液：碳酸盐缓冲溶液。

分析柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) SH-AC-18阴离子分析柱。

流速：1.0 mL/min。

柱温：35℃±2℃。

电导池温度：35℃±2℃。

进样体积：25 μL。

有效成分推荐浓度：5 mg/L，线性范围：1 mg/L~20 mg/L。

保留时间：硫酸根离子约17.7 min。

参 考 文 献

- [1] CIPAC 174/TC/(M) PICLORAM TECHNICAL
- [2] CIPAC 206/TC/(M) BENOMYL TECHNICAL
- [3] CIPAC 381/TC/(M) METAMITRON TECHNICAL
- [4] CIPAC 411/TC/M METAZACHLOR TECHNICAL
- [5] CIPAC 501/TC/(M) BENFURACARB TECHNICAL
- [6] CIPAC 578/TC/ m FLUMIOXAZIN TECHNICAL
- [7] CIPAC 80/TC/M2 PROPOXUR TECHNICAL
- [8] CIPAC 570/TC/M CHLORFENAPYR TECHNICAL
- [9] CIPAC 595/TC/M FLAZASULFURON TECHNICAL
- [10] CIPAC 636/TC/(M) SPINOSAD TECHNICAL
- [11] CIPAC 232/TC/(M) BENDIOCARB TECHNICAL
- [12] CIPAC 397/TC/M OXADIXYL TECHNICAL
- [13] CIPAC 153/TC/M2 DITHIANON TECHNICAL
- [14] CIPAC 581/TC/M FIPRONIL TECHNICAL
- [15] CIPAC 704/TC/M LUFENURON TECHNICAL
- [16] CIPAC 672/TC/(M) NOVALURON TECHNICAL
- [17] CIPAC 600/TC/M CYPROCONAZOLE TECHNICAL
- [18] CIPAC 355/TC/M METHAMIDOPHOS TECHNICAL
- [19] CIPAC 610/TC/M SULFOMETURON-METHYL TECHNICAL
- [20] CIPAC 26/TC/M2 CARBARYL TECHNICAL
- [21] CIPAC 413/TC/M BIFENOX TECHNICAL
- [22] CIPAC 287/TC/M MONOCROTOPHOS TECHNICAL
- [23] CIPAC 563/TC/M QUINMERAC TECHNICAL
- [24] CIPAC 110/TC/M PHOSPHAMIDON TECHNICAL
- [25] CIPAC 511/TC/M CYPRODINIL TECHNICAL
- [26] CIPAC 420/TC/M CYROMAZINE TECHNICAL

[27] CIPAC 230/TC/M CYANAZINE TECHNICAL

[28] CIPAC 489(103A.2a)+61/WP/M2 FENTIN ACETATE + MANEB WETTABLE

#### POWDERS

[29] CIPAC 548/TC/M TRIFLUMURON TECHNICAL

[30] CIPAC 599/TC/M NICLOSAMIDE TECHNICAL

[31] CIPAC 189/TC/M COUMATETRALYL TECHNICAL

[32] CIPAC 340/TC/M TEMEPHOS TECHNICAL

[33] CIPAC 418/TC/M CLOFENTEZINE TECHNICAL

[34] CIPAC 77/TC/M PHENMEDIPHAM TECHNICAL

[35] CIPAC 401/TC/M SETHOXYDIM TECHNICAL

[36] CIPAC 233/TC/M ETHOFUMESATE TECHNICAL

[37] CIPAC 336/TC/M ISOPROTURON TECHNICAL

[38] CIPAC 38/DP/(M) ROTENONE DUSTABLE POWDER

[39] CIPAC 964/TC/(M) PYRAOXYSTROBIN TECHNICAL

---