

中华人民共和国农业行业标准

NY/T XXXXX—XXXX

农药液体制剂傅里叶变换衰减全反射红外
光谱采集操作规程

Guidelines on the spectrum collection for liquid formulations of pesticides by
attenuated total reflection fourier transform infrared (ATR-FTIR) spectroscopy

(征求意见稿)

(本稿完成日期：2020-11)

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中华人民共和国农业农村部

发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》给出的规则起草。

本文件由农业农村部种植业管理司提出。

本文件由全国农药标准化技术委员会（SAC/TC 133）归口。

本文件起草单位：农业农村部农药检定所、中国农业科学院植物保护研究所

本文件起草人：

农药液体制剂傅里叶变换衰减全反射红外光谱采集操作规程

1 范围

本文件规定了傅里叶变换红外光谱衰减全反射模式采集农药液体制剂光谱的操作规程及报告内容。本文件适用于农药液体制剂傅里叶变换衰减全反射红外光谱采集。

2 规范性引用文件

本文件没有需要的规范性引用文件。

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

傅里叶变换红外光谱法 Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy

基于样品中不同化学基团对红外光的振动吸收，以鉴别和定量化学基团的一种分析化学技术。

3.2

衰减全反射模式 attenuated total reflection (ATR) mode

一种仪器工作模式，在该模式下红外光在晶体内的入射角大于临界角，进入样品的光在样品有吸收的频率范围内光线会被样品吸收而强度衰减，在样品无吸收的频率范围内光线被全部反射。

4 试验方法

4.1 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。

4.2 方法提要

分别将样品和经溶剂萃取处理的样品置于傅里叶变换红外光谱仪的ATR晶体上，进行样品光谱采集。

4.3 试剂和材料

无水乙醇。

乙腈。

铝箔纸。

4.4 仪器设备

傅里叶变换红外光谱仪：具有ATR附件。

离心机：转速3000 r/min~5000 r/min。

移液枪：量程100 μL ~2000 μL 。

超声波清洗器。

4.5 测定步骤

4.5.1 仪器准备

按照仪器说明书，开机、预热、自检，确保仪器状态正常。

4.5.2 参数设置

扫描范围：4000 cm^{-1} ~650 cm^{-1} 。

扫描次数：32次。

分辨率：4 cm^{-1} 。

扫描速度： $\leq 0.5 \text{ cm/s}$ 。

光谱采集模式：吸光度。

4.5.3 仪器校准

根据仪器说明书及仪器使用频率进行校准。

4.5.4 光谱采集

4.5.4.1 背景光谱采集

用无水乙醇擦拭ATR晶体，确保其表面洁净，待乙醇完全挥发后采集背景光谱。

4.5.4.2 样品光谱采集

4.5.4.2.1 直接采集

移取适量样品于ATR晶体上，使液体完全覆盖晶体，用仪器自带的压力装置使样品和ATR晶体紧密接触，进行样品的光谱采集。

4.5.4.2.2 助剂挥发后采集

移取约200 μL 样品至铝箔纸上，待样品中助剂挥发10 min后，将铝箔纸置于ATR晶体上，使残渣面与ATR晶体紧密接触，进行样品的光谱采集。

4.5.4.2.3 溶剂萃取后采集

移取约2 mL样品置于10 mL离心管中，加入约2 mL乙腈，超声振荡10 min后离心。移液枪移取约200 μL 上清液至铝箔纸上，待溶剂挥发10 min后，将铝箔纸置于ATR晶体上，使残渣面与ATR晶体紧密接触，进行样品的光谱采集。

注：若样品中有效成分不易溶于乙腈，应选择其他合适的溶剂进行萃取。如非极性有效成分可以选择正己烷，极性有效成分可选择N,N-二甲基甲酰胺（DMF）。

4.5.4.2.4 采集谱图命名

采集的光谱图命名规则见附录A。

5 试验报告

试验报告包括以下内容：

- a) 样品信息：名称、性状、规格、生产者、生产日期/批号、失效期、储存条件等；
- b) 试验条件和试验方法：环境条件、仪器设备、采集参数、萃取溶剂等；
- c) 原始数据：由仪器工作站直接生成输出的原始光谱图等。

附 录 A
(规范性)
样品谱图命名规则

样品谱图命名规则如下：生产者-有效成分含量+有效成分中文通用名称+剂型-直接采集、助剂挥发或溶剂萃取-日期。例如：某公司-20%苯醚甲环唑水乳剂-直接采集-20200101、某公司-20%苯醚甲环唑水乳剂-助剂挥发-20200101、某公司-7.5%氟啶虫酰胺·7.5%吡丙醚-乙腈萃取-20200101。
