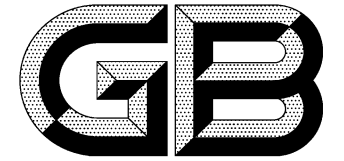


UDC 632.95:543.06



中华人民共和国国家标准

GB 6690—86
GB 6696—86

GB 6690—86
GB 6696—86

久效磷含量分析方法 氧乐果含量分析方法

Analytical method of content for monocrotophos
Analytical method of content for omethoate

中华人民共和国
国家标准
久效磷含量分析方法
氧乐果含量分析方法
GB 6690—86
GB 6696—86

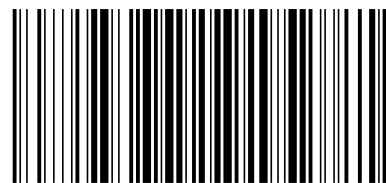
中国标准出版社出版
(北京复外三里河)
中国标准出版社北京印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 20,000
1986年12月第一版 1986年12月第一次印刷
印数 1—4,000

书号: 15169·1-4462 定价 12.00 元

1986-08-13 发布

1987-07-01 实施



GB 6690-1986 H

国家标准局 批准

两种分析方法，两次平行测定结果的最大允许相对偏差为±1.5%。

目 录

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部提出，由化工部沈阳化工研究院归口。

本标准由上海市农药研究所负责起草。

本标准主要起草人叶文炳、车济明、陈忠敏、马志强。

GB 6690—86 久效磷含量分析方法.....	(1)
GB 6696—86 氧乐果含量分析方法.....	(6)

- 2.2.2 担体: 102白色担体(80~100目)。
 2.2.3 二甲基二氯硅烷: 色谱扫尾剂。
 2.2.4 聚乙二醇-20000: 气相色谱固定液。
 2.2.5 高纯氮: 99.99%。
 2.2.6 氧乐果标准品: 纯度应不低于95%。
 2.2.7 邻苯二甲酸二丁酯: 色谱固定液。

2.3 色谱柱的制备

2.3.1 担体的处理

2.3.1.1 酸洗(AW)处理: 将100g 102白色担体放置于1000ml烧杯中, 倒入约400ml浓盐酸, 浸泡处理三天, 可见烧杯中上层盐酸变成黄棕色。倾去上层盐酸液, 用水洗担体几次, 再倒入约250ml浓盐酸浸泡。如此处理直至上层盐酸液无色为止。倾去上层盐酸液, 用水洗至近中性后, 再以蒸馏水洗至中性、无氯离子。烘干、过筛, 取80~100目。

2.3.1.2 硅烷化(DMCS)处理: 将上述经酸洗担体在110℃下烘2h, 取100ml 5%二甲基二氯硅烷(DMCS)的甲苯溶液(以量筒量取5ml二甲基二氯硅烷, 倒入95ml甲苯中), 置于小口试剂瓶中, 加入20g担体, 塞紧瓶塞, 摇动10min, 过滤甲苯液, 用70ml甲苯分两次洗担体, 再用甲醇漂洗担体至中性, 过滤。在110℃下烘4h。

2.3.1.3 键合处理: 称取1.5g聚乙二醇-20000, 置于直径为10cm结晶皿中, 加80ml无水乙醇溶解, 然后再称取15g经酸洗-硅烷化处理的上述担体, 倒入该结晶皿中, 在通风柜内、红外灯下不断摇动该结晶皿(注意摇动时不要使溶液溅出), 使溶液完全挥发。再放入110℃烘箱中烘2h。然后装入色谱柱中(不锈钢, $\phi 4\text{mm} \times 3\text{m}$), 柱前压力为263445Pa(2.6kgf/cm²)(氮气), 柱温250℃下老化24h。将老化后的担体从色谱柱中倒入200ml烧杯中, 先以100ml二氯甲烷洗涤, 倾去溶剂, 再用100ml二氯甲烷分两次洗涤, 至上层二氯甲烷溶剂不变色, 弃去溶剂。担体在通风柜中、红外灯下干燥备用。

2.3.2 担体的涂渍

准确称取0.15g XE-60于100ml圆底烧瓶中, 加入40ml丙酮, 摇动使之溶解, 再加入5g经酸洗-硅烷化-键合处理的担体, 装上回流装置, 回流2h, 然后静置浸泡12h以上, 再将其倒入直径为10cm结晶皿中, 在通风柜内、红外灯下不断摇动, 使溶剂完全挥发。放入110℃烘箱中烘2h。

2.3.3 色谱柱的填充和老化

将上述涂渍好的担体装入玻璃柱中, 一边缓慢地将担体倒入柱中, 一边不断地轻轻以橡皮榔头敲击柱壁, 要求担体在柱中装得紧密均匀(约装1.5g填充物)。然后在色谱柱的两端塞好经硅烷化的玻璃棉。该色谱柱入口端与气化室相连, 出口端先不接检测器。在柱温200℃左右, 氮气流量20ml/min下老化24h。在老化过程中, 可向色谱柱中注入氧乐果的氯仿溶液, 每次1 μl ; 约五、六次, 以促使柱的老化。

2.4 测定方法

2.4.1 气相色谱操作条件

温度: 柱温150℃; 气化200℃; 检测室180℃。

气体流量: 载气为氮气, 25ml/min [柱前压力 $1.4 \times 10^5\text{Pa}$ (1.4kgf/cm²)] ; 空气600ml/min, 氢气35ml/min。

进样方法和进样量: 先用10 μl 注射器吸0.2~0.4 μl 样品溶液, 然后吸2 μl 空气, 一次注入气化室。

相对保留时间: 内标邻苯二甲酸二丁酯: 1min; 氧乐果: 1.37min。

气相色谱图如图所示。

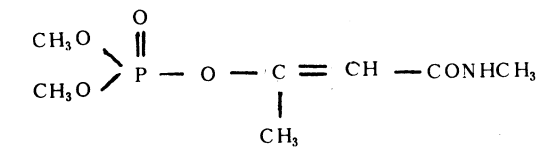
久效磷含量分析方法

Analytical method of content
for monocrotophos

本标准适用于久效磷原药、乳油和液剂的有效体含量的测定。

有效成分: O, O-二甲基-O-(2-甲胺甲酰-1-甲基乙烯基)磷酸酯。

结构式:



分子式: $\text{C}_7\text{H}_{14}\text{NO}_5\text{P}$

分子量: 223.17 (按1983年国际原子量)

1 气-液色谱法

样品用氯仿溶解, 以正二十烷(或邻苯二甲酸二丙酯)为内标, 使用OV-17/Gas ChromQ为填充物的玻璃柱和氢火焰离子化检测器, 对久效磷进行分离和定量。

1.1 仪器

1.1.1 气相色谱仪(氢火焰检测器): 具有玻璃柱、玻璃气化室或柱头进样装置。

1.1.2 记录仪: XWC-100型、5mV(或电子积分仪)。

1.1.3 色谱柱: 长2m, 内径2.2~4.0mm的硼硅玻璃柱。

1.1.4 填充物: 7% OV-17/Gas ChromQ(或相同性能的担体) 80~100目。

1.1.5 玻璃棉: 经硅烷化处理。

1.2 试剂

如无其他说明, 分析中所用的水系蒸馏水, 溶剂的纯度皆为分析纯; 色谱所用气体符合分析要求。

1.2.1 久效磷标准品: 纯度不应低于98.0%;

1.2.2 内标物: 正二十烷(或邻苯二甲酸二丙酯), 分析纯。

1.3 色谱柱的制备

1.3.1 色谱柱的填充

将一小玻璃漏斗用乳胶管接到洗净、烘干的玻璃柱入口端, 柱子的出口端裹以纱布后接到真空泵上。开启真空泵, 控制适当的负压, 从漏斗中分次加入已制备好的填充物, 同时用小木棒不断轻敲柱壁, 使填充物在柱内均匀、紧密。取下柱子, 在其入口和出口端塞一小团经硅烷化处理的玻璃棉, 并适当压紧, 以保持填充物不被移动。

1.3.2 色谱柱的老化

将色谱柱入口端与气化室相连, 出口端先不接检测器, 以20ml/min的载气(氮气)流量, 分阶段升温老化, 至235℃后, 保持至少48h。

1.3.3 色谱柱的钝化

待色谱柱老化完毕, 将柱温降至约170℃, 用50 μl 注射器向汽化室内注入三甲基氯硅烷(或其他