



中华人民共和国国家标准

GB 13649—92

GB 13649—92

GB 13649—92

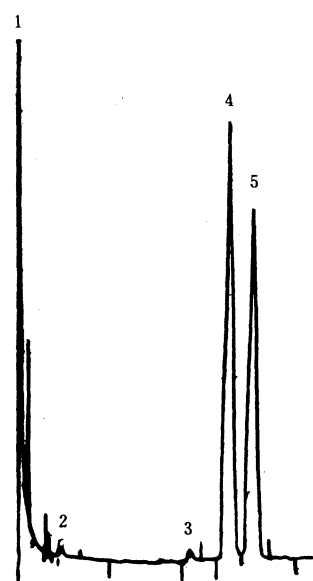


图 A1 杀螟硫磷原药气相色谱图
1—溶剂;2—4-硝基-3-甲酚;3—杂质;
4—杀螟硫磷;5—癸二酸二丁酯

A4.2 试样溶液的配制

准确称取含杀螟硫磷 0.11 g 试样,精确至 0.0001 g,置于 20 mL 具塞玻璃瓶中,用移液管准确加入 10 mL 内标溶液,摇匀。

A4.3 测定

待仪器稳定后,注入数针标样溶液,直至相邻两针杀螟硫磷与内标物峰面积比变化不大于 1.5% 后,按下列顺序进样分析:

a. 标样溶液;b. 试样溶液;c. 试样溶液;d. 标样溶液。

用微量进样器每次注入 1~2 μ L 试样,两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液色谱图上,杀螟硫磷与内标物的峰面积比之差,除以其平均值,不得大于 1.5%,否则需重复进样。

A4.4 计算

同 4.1.4.5 条。当用 4.1 条规定的方法做仲裁分析发生争议时,以上述国际标准方法为准。

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由化学工业部沈阳化工研究院技术归口。

本标准由化学工业部沈阳化工研究院负责起草。

本标准主要起草人刘国秀、张云真、侯宇凯、谢冉祥、许来威、赵莉、罗天祯。

杀 螟 硫 磷 原 药

Fenitrothion technical



GB 13649-1992

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-25635

定价: 8.00 元

1992-09-01 发布

1993-07-01 实施

国家技术监督局 发布

附录 A
杀螟硫磷含量国际标准测定方法
(补充件)

A1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解,以癸二酸二丁酯为内标物,在 7.5% OV 210 柱上,对试样中的杀螟硫磷进行分离和定量。

A2 试剂和溶液

- A2.1 癸二酸二丁酯:内标物(无干扰该气相色谱分析的杂质);
 A2.2 杀螟硫磷标准样:已知含量大于等于 98.0%(*m/m*);
 A2.3 色谱固定液:OV 210;
 A2.4 载体:Chromosorb W-HP;粒径 150~180 μm (80~100 目);
 A2.5 内标溶液:准确称取 2.0 g 癸二酸二丁酯,置于 500 mL 容量瓶中,用三氯甲烷溶解并稀释至刻度,摇匀;
 A2.6 标准溶液:准确称取杀螟硫磷标准样 0.11g,精确至 0.000 1g,置于 20 mL 具塞玻璃瓶中,用移液管加入 10 mL 内标溶液,摇匀。

A3 仪器

- A3.1 气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器;
 A3.2 记录仪或电子数字积分仪;
 A3.3 色谱柱:2 000 mm \times 2.2mm(内径)玻璃柱,填充物为 7.5% OV 210/Chromosorb W-HP,粒径 150~180 μm (80~100 目);
 A3.4 微量进样器:10 μL 。

A4 操作步骤**A4.1 气相色谱操作条件**

- 温度:
 柱室 170 \pm 5 $^{\circ}\text{C}$;
 汽化室 220 $^{\circ}\text{C}$;
 检测器 250 $^{\circ}\text{C}$ 。
 气体流速:
 载气(N_2) 30 mL/min;
 氢气 30 mL/min;
 空气 300 mL/min;
 进样体积:1~2 μL ;
 纸速:0.1 cm/min。
 保留时间:
 杀螟硫磷 约 28 min;
 癸二酸二丁酯 约 31 min;
 4-硝基-3-甲酚 约 5 min。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
杀 螟 硫 磷 原 药
GB 13649—92

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码:100045

网址 www.bzcb.com

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880 \times 1230 1/16 印张 0.5 字数 12 千字

1993 年 1 月第一版 2005 年 9 月第二次印刷

*

书号:155066·1-25635 定价 8.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533

4.2 酸度的测定

4.2.1 试剂和溶液

4.2.1.1 95%乙醇(GB 679);

4.2.1.2 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.02 \text{ mol/L}$;

4.2.1.3 甲基红-溴甲酚绿混合指示液:取 2 mL 甲基红乙醇溶液(1g/L)和 10 mL 溴甲酚绿乙醇溶液(1g/L)相混合,摇匀。

4.2.2 操作步骤

称取约 4 g 试样,精确至 0.01g,放入 250 mL 三角瓶中,加入 95%乙醇 40 mL,充分摇动,加入混合指示液 2 mL,用氢氧化钠标准溶液[$c(\text{NaOH})=0.02 \text{ mol/L}$]滴定至暗绿色即为终点。同时,做空白测定。以质量百分含量表示的杀螟硫磷原药的酸度 w_2 按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{c \cdot (V_1 - V_2) \times 0.049}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: c —— 氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L; V_1 —— 滴定试样消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL; V_2 —— 滴定空白消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL; m —— 试样质量, g;0.049 —— 与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液[$c(\text{NaOH})=1.000 \text{ mol/L}$]相当的,以克表示的硫酸的质量。

4.3 水分的测定

按 GB 1600 中的卡尔·费休法测定。

5 检验规则

5.1 杀螟硫磷原药验收规则执行 GB 1604 标准。

5.2 取样方法按 GB 1605 商品农药采样方法进行。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 杀螟硫磷原药的标志和包装应符合 GB 3796 中的有关规定。

6.2 杀螟硫磷原药应用清洁、干燥(内涂保护层)的大铁桶包装,每桶净重应不大于 200 kg。

6.3 贮运时,严防潮湿和日晒,保持良好通风;不得与食物、种子、饲料混放;避免与皮肤接触,防止由口鼻吸入。

中华人民共和国国家标准

GB 13649—92

杀 螟 硫 磷 原 药

Fenitrothion technical

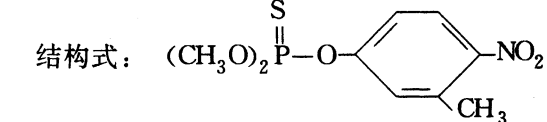
1 主题内容和适用范围

本标准规定了杀螟硫磷原药的技术条件、检验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存要求。

本标准适用于以三氯硫磷、间甲酚为主要原料,经氯化、硝化、缩合工艺合成的杀螟硫磷原药。

有效成分:杀螟硫磷

化学名称:0,0-二甲基-0-(4-硝基-3-甲基)硫代磷酸酯。

分子式: $\text{C}_9\text{H}_{12}\text{O}_5\text{NPS}$

相对分子质量: 277.24(1987 年国际相对原子质量)

2 引用标准

GB 1600 农药水分测定方法

GB 1604 农药验收规则

GB 1605 商品农药采样方法

GB 3796 农药包装通则

3 技术要求

3.1 外观:淡黄色至深棕色液体。

3.2 杀螟硫磷原药还应符合下列指标要求:

%(m/m)

项 目	指 标		
	优级品	一级品	合格品
杀螟硫磷含量	≥ 93.0	85.0	75.0
酸度(以 H_2SO_4 计)	≤ 0.3	0.4	0.5
水分	≤ 0.2	0.2	0.2

4 试验方法

4.1 杀螟硫磷含量的测定

4.1.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解,以林丹为内标物,在 5% OV 101 柱上,对杀螟硫磷进行分离和定量。

国家技术监督局 1992-09-01 批准

1993-07-01 实施