

A.6 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灭线磷与内标物峰面积比分别进行平均。
试样中灭线磷的质量分数 w_1 (%)按式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot w}{r_1 \cdot m_2} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

r_1 ——标样溶液中,灭线磷与内标物峰面积比的平均值;

r_2 ——试样溶液中,灭线磷与内标物峰面积比的平均值;

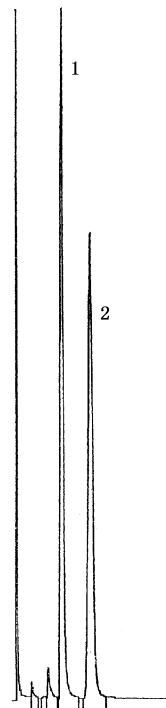
m_1 ——灭线磷标样的质量,单位为克(g);

m_2 ——试样的质量,单位为克(g);

w ——标样中灭线磷的质量分数, %。

A.7 允许差

两次平行测定结果之差,应不大于 1.2%。取其算术平均值作为测定结果。



1——灭线磷;

2——内标物(邻苯二甲酸二丙酯)。

图 A.1 灭线磷原药的气相色谱图



GB 20681—2006

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-29177

定价: 14.00 元



中华人民共和国国家标准

GB 20681—2006

GB 20681—2006

灭线磷原药

Ethoprophos technical

2006-09-01 发布

2007-06-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

附录 A

(资料性附录)

气相色谱填充柱测定灭线磷质量分数的方法

A.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解,以邻苯二甲酸二丙烯酯为内标物,使用 5%SE-30/Gas Chrom Q 为填料的色谱柱和氢焰离子化检测器,对试样中的灭线磷进行气相色谱分离和测定。

A.2 试剂和溶液

三氯甲烷;

灭线磷标样:已知质量分数,≥98.0%;

邻苯二甲酸二丙烯酯:不应含有干扰分析的杂质;

内标溶液:称取 6.0 g 的邻苯二甲酸二丙烯酯,置于 1 000 mL 容量瓶中,用三氯甲烷溶解并稀释至刻度,摇匀。

A.3 仪器

气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器;

色谱柱:1 m×3 mm (i. d.)玻璃柱;

柱填充物:5%SE-30/Gas Chrom Q(147μm ~ 175μm);

色谱数据处理机或色谱工作站。

A.4 气相色谱操作条件

温度(°C):柱温 150, 气化室 210, 检测器室 210;

气体流量(mL/min):载气(N₂)30, 氢气 30, 空气 300;

进样量(μL):1.0

保留时间(min):灭线磷约 2.5, 内标物约 3.9。

上述操作参数是典型的,可根据不同仪器特点,对给定操作参数作适当调整,以期获得最佳效果。典型的灭线磷原药气相色谱图见图 A.1。

A.5 测定步骤

A.5.1 标样溶液的制备

称取灭线磷标样 0.1 g (精确至 0.000 2 g),置于一 15 mL 具塞玻璃瓶中,用移液管准确加入 10 mL 内标溶液,摇匀。

A.5.2 试样溶液的制备

称取含灭线磷 0.1 g (精确至 0.000 2 g)的试样,置于一 15 mL 具塞玻璃瓶中,用与 A.5.1 同一支移液管准确加入 10 mL 内标溶液,摇匀。

A.5.3 测定

在上述操作条件下,待仪器基线稳定后,连续注入数针标样溶液,计算各针灭线磷与内标物峰面积之比的重复性,待相邻两针灭线磷与内标物峰面积比的相对变化小于 1.2%时,按照标样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

中华人民共和国
国家标准
灭线磷原药

GB 20681—2006

*

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.spc.net.cn

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 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 17 千字

2007 年 4 月第一版 2007 年 4 月第一次印刷

*

书号:155066·1-29177 定价 14.00 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

- 5.4 贮运时,严防潮湿和日晒,不得与食物、种子、饲料混放,避免与皮肤、眼睛接触,防止由口鼻吸入。
- 5.5 安全:本品属高毒有机磷酸酯类农药,易经皮肤渗入。中毒症状为胸部发紧、出汗、呕吐、腹泻、瞳孔收缩。使用本品时要戴护镜、口罩和胶皮手套。如皮肤、眼睛不慎沾上本品,应立即用大量清水冲洗。误服者立即用盐水或芥末水催吐并立即送医院急救。本品的有效解毒剂是阿托品和解磷定。
- 5.6 验收期:灭线磷原药的验收期为1个月。从交货之日起,在1个月内完成产品的质量验收,其各项指标均应符合标准要求。

前 言

本标准的第3章、第5章为强制性的,其余为推荐性的。
本标准附录A为资料性附录。
本标准由中国石油和化学工业协会提出。
本标准由全国农药标准化技术委员会(CSBTS/TC 133)归口。
本标准负责起草单位:沈阳化工研究院。
本标准参加起草单位:淄博市周村穗丰农药化工有限公司。
本标准主要起草人:许来威、邢红、冯育海、王康、张兴。