

中华人民共和国国家标准

GB/T 20437—2006

GB/T 20437—2006

GB/T 20437—2006

化小于 1.2% 后,按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进样分析。

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硫丹($\alpha+\beta$)的峰面积分别进行平均。试样中硫丹($\alpha+\beta$)的质量分数 w_3 (%)按式(A.1)计算:

$$w_3 = \frac{A_2 \times m_1 \times w_p}{A_1 \times m_2} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

A_1 ——标样溶液中硫丹($\alpha+\beta$)峰面积的平均值;

A_2 ——试样溶液中硫丹($\alpha+\beta$)峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量,单位为克(g);

m_2 ——试样的质量,单位为克(g);

w_p ——硫丹标样中硫丹($\alpha+\beta$)的质量分数,以(%)表示。

试样中硫丹的两种异构体比 α/β 按式(A.2)计算:

$$\alpha/\beta = \frac{A_1}{A_2} \dots\dots\dots (A.2)$$

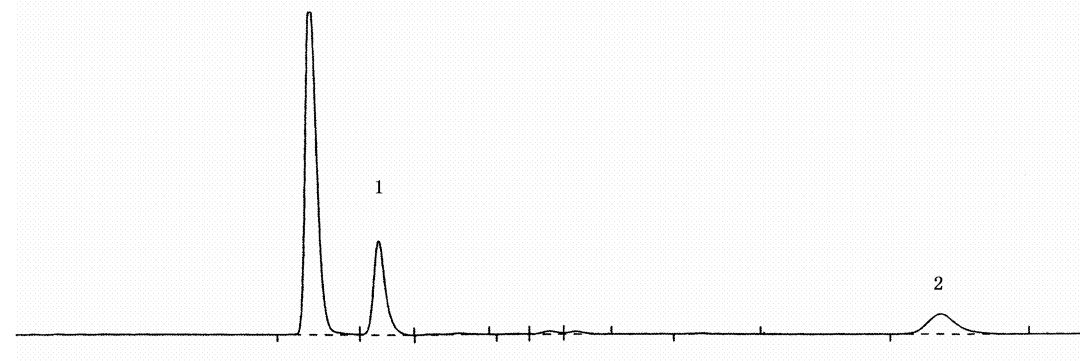
式中:

A_1 ——试样溶液中 α -硫丹的峰面积;

A_2 ——试样溶液中 β -硫丹的峰面积。

A.7 允许差

硫丹质量分数的两次平行测定结果之差,应不大于 0.5%,取其算术平均值作为测定结果。



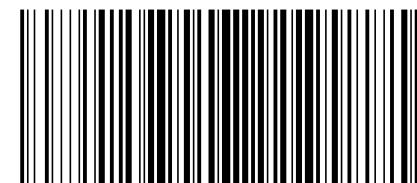
1—— α -硫丹;

2—— β -硫丹。

图 A.1 硫丹乳油的液相色谱图

硫 丹 乳 油

Endosulfan emulsifiable concentrates



GB/T 20437-2006

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-28294

定价: 10.00 元

2006-01-23 发布

2006-11-01 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)

液相色谱测定硫丹质量分数和 α/β 的方法

A.1 方法提要

试样用异辛烷+二氧六环溶解,以异辛烷+二氧六环+甲醇为流动相,使用 Lichrosphere SI-60 为填充物的不锈钢柱和紫外检测器,对试样中的硫丹进行正相液相色谱分离和测定。

A.2 试剂和溶液

异辛烷:色谱纯;
二氧六环:色谱纯;
甲醇:色谱纯;
硫丹标样:已知质量分数 $\geq 99.0\%$ 。

A.3 仪器

液相色谱仪:具有紫外可变波长检测器和定量进样阀;
色谱数据处理机或色谱工作站;
色谱柱:4.6 mm(i. d.) \times 200 mm 不锈钢柱,内装 Lichrosphere SI-60、5 μ m 填充物(或具有相同柱效的其他正相色谱柱);
过滤器:滤膜孔径约 0.45 μ m;
微量进样器:50 μ L。

A.4 液相色谱操作条件

流动相: ψ (异辛烷:二氧六环:甲醇)=97.5:2.5:0.3;
流动相流量:1.5 mL/min;
柱温:室温(温差变化应不大于 2 $^{\circ}$ C);
检测波长:230 nm;
进样体积:10 μ L;
保留时间: α -硫丹约 3.1 min、 β -硫丹约 12.3 min。

上述液相色谱操作条件,系典型操作参数。可根据不同仪器特点,对给定的操作参数作适当调整,以期获得最佳效果。典型的硫丹乳油的液相色谱图见图 A.1。

A.5 测定步骤

A.5.1 标样溶液的配制

称取硫丹标样 0.02 g(精确至 0.000 02 g),置于 50 mL 容量瓶中,加入 40 mL 流动相,放入超声波浴槽中超声溶解 10 min。取出,冷却至室温后,用流动相定容,摇匀。

A.5.2 试样溶液的配制

称取含硫丹 0.02 g 的试样(精确至 0.000 02 g),置于 50 mL 容量瓶中,加入 40 mL 流动相,放入超声波浴槽中超声溶解 10 min。取出,冷却至室温后,用流动相定容,摇匀。

A.5.3 测定

在上述色谱操作条件下,待仪器稳定后,连续注入数针标样溶液,直至相邻两针硫丹峰面积相对变

中华人民共和国
国家标准
硫丹乳油
GB/T 20437—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 \times 1230 1/16 印张 0.75 字数 17 千字

2006 年 11 月第一版 2006 年 11 月第一次印刷

*

书号:155066·1-28294 定价 10.00 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

试样中硫丹的两种异构体比 α/β 按式(4)计算:

$$\alpha/\beta = \frac{A_1}{A_2} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

A_1 ——试样溶液中 α -硫丹的峰面积;

A_2 ——试样溶液中 β -硫丹的峰面积。

4.3.2.7 允许差

两次平行测定结果之差,应不大于 0.5%,取其算术平均值作为测定结果。

4.4 水分的测定

按 GB/T 1600 中的“卡尔·费休法”进行。

4.5 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.6 乳液稳定性试验

试样用标准硬水稀释 200 倍,按 GB/T 1603 进行试验,上无浮油、下无沉淀为合格。

4.7 低温稳定性试验

按 GB/T 19137 中“乳剂和均相液体制剂”进行,离心管底部析析物的体积不超过 0.3 mL 为合格。

4.8 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136 中“液体制剂”进行。热贮后的硫丹质量分数允许降至热贮前测得质量分数的 97%,乳液稳定性仍应符合标准要求。

4.9 产品的检验和验收

产品的检验与验收,应符合 GB/T 1604 的规定。极限数值的处理,采用修约值比较法。

5 标志、标签、包装、贮运

5.1 硫丹乳油的标志、标签和包装,应符合 GB 4838 的规定。

5.2 硫丹乳油包装件应贮存在通风、干燥的库房中。

5.3 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。

5.4 **安全:**本品属高毒有机氯农药,吞噬和吸入均有毒,可经皮肤渗入。使用本品时要戴护镜和胶皮手套以及其他必要的防护衣物。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。

5.5 **保证期:**在规定的贮存、运输条件下,硫丹乳油的保证期,从生产日期算起为 2 年。

前 言

本标准附录 A 是资料性附录。

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:拜尔作物科学天津公司、德州恒东农药化工有限公司。

本标准主要起草人:许来威、邢红、刘耆、贾爱君、孟香清。