



中华人民共和国国家标准

GB 13650—2009
代替 GB 13650—1992

GB 13650—2009

GB 13650—2009

m_2 ——试样的质量,单位为克(g);

w ——标样中杀螟硫磷的质量分数,以%表示。

将测得的两针试样溶液中杀螟硫磷与 S-甲基杀螟硫磷峰面积分别进行平均。试样中 S-甲基杀螟硫磷的质量分数 w_2 (%)按式(A.2)计算:

$$w_2 = \frac{A_2}{A_1} \times w_1 \quad \dots\dots\dots(A.2)$$

式中:

A_1 ——试样溶液中,杀螟硫磷峰面积的平均值;

A_2 ——试样溶液中,S-甲基杀螟硫磷峰面积的平均值;

w_1 ——试样中杀螟硫磷的质量分数,以%表示。

A.7 允许差

两次平行测定结果之差,杀螟硫磷应不大于 0.5%,取其算术平均值作为测定结果。

杀螟硫磷乳油

Fenitrothion emulsifiable concentrates



GB 13650—2009

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-37946

定价: 16.00 元

2009-04-27 发布

2009-11-01 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



1——内标物(林丹);
 2——杀螟硫磷;
 3——S-甲基杀螟硫磷。

图 A. 1 杀螟硫磷乳油气相色谱图

A. 5 测定步骤

A. 5.1 标样溶液的制备

称取杀螟硫磷标样 0.1 g(精确至 0.000 2 g),置于 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

称取含杀螟硫磷 0.1 g 的试样(精确至 0.000 2 g),置于 15 mL 具塞玻璃瓶中,用与 A. 5.1 中同一只移液管准确加入 10 mL 内标溶液,摇匀。

A. 5.3 测定

在上述操作条件下,待仪器稳定后,连续注入数针标样溶液,直至相邻两针杀螟硫磷与内标物峰面积比的相对变化小于 1.5%后,按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

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

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

式中:

r_1 ——标样溶液中,杀螟硫磷与内标物峰面积比的平均值;

r_2 ——试样溶液中,杀螟硫磷与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——标样的质量,单位为克(g);

中 华 人 民 共 和 国
 国 家 标 准
 杀 螟 硫 磷 乳 油
 GB 13650—2009

*
 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 16 千字
 2009 年 7 月第一版 2009 年 7 月第一次印刷
 *
 书号: 155066·1-37946 定价 16.00 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

附录 A
(资料性附录)

杀螟硫磷质量分数填充柱气相色谱测定方法

A.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解,以林丹为内标物,使用 5% OV-101/Chromosorb W-HP 为填充物的不锈钢柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的杀螟硫磷、S-甲基杀螟硫磷进行气相色谱分离和测定,内标法定量。

A.2 试剂和溶液

三氯甲烷;

杀螟硫磷标样:已知质量分数 $w \geq 98.0\%$;

S-甲基杀螟硫磷标样:已知质量分数 $w \geq 98.0\%$;

内标物:林丹,应不含有干扰分析的杂质;

固定液:OV-101;

载体:Chromosorb W-HP,粒径 $125 \mu\text{m} \sim 150 \mu\text{m}$ (100 目~120 目);

内标溶液:称取林丹 5 g,置于 500 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;

色谱数据处理机或色谱工作站;

色谱柱:500 mm×2.2 mm(i. d.)不锈钢柱,内填 5% OV-101/Chromosorb W-HP 填充物;

微量进样器:10 μL 。

A.4 气相色谱操作条件

温度($^{\circ}\text{C}$):柱室 155 ± 5 ,气化室 220,检测室 250;

气体流量(mL/min):载气(N_2)15,氢气 30,空气 300;

进样体积:1.0 μL ;

保留时间:杀螟硫磷约 11 min,S-甲基杀螟硫磷约 16 min,林丹约 5 min。

上述操作条件,系典型操作参数,可根据不同仪器及色谱柱特点,对给定的操作参数作适当调整,以期获得最佳效果。典型的杀螟硫磷乳油气相色谱图见图 A.1。

前 言

本标准的第 3 章、第 5 章为强制性的,其余为推荐性的。

本标准使用重新起草法修改采用 FAO 规格 35/EC/S(1988)《杀螟硫磷乳油》。

本标准与 FAO 规格 35/EC/S(1988)的主要技术差异如下:

——本标准规定水分不大于 0.3%,FAO 规格规定水分不大于 2 g/kg;

——本标准规定酸度不大于 0.3%,FAO 规格规定酸度不大于 2 g/kg。

本标准代替 GB 13650—1992《杀螟硫磷乳油》。

本标准与 GB 13650—1992 相比,主要差异为:

——杀螟硫磷乳油规格由 45%改为 45%和 50%;

——增加 S-甲基杀螟硫磷控制指标。

本标准的附录 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(SAC/TC 133)归口。

本标准负责起草单位:农业部农药检定所。

本标准参加起草单位:宁波中化化学品有限公司、浙江嘉化集团股份有限公司。

本标准主要起草人:姜宜飞、王小丽、李友顺、陈铁春、王国联、李国平、唐光传、徐强华。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB 13650—1992。