**A.5 测定步骤****A.5.1 标样溶液的配制**

称取咪鲜胺标样 0.1 g(精确至 0.000 2 g), 置于一具塞玻璃瓶中, 用移液管加入 10 mL 内标溶液, 摆匀。

A.5.2 试样溶液的配制

称取含咪鲜胺 0.1 g(精确至 0.000 2 g)的试样, 置于一具塞的玻璃瓶中, 用与 A.5.1 中使用的同一支移液管加入 10 mL 内标溶液, 摆匀。

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, 直至相邻两针咪鲜胺与内标物的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分析测定。

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咪鲜胺与内标物的峰面积比分别进行平均。试样中咪鲜胺质量分数 w_1 (%)按式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{\gamma_2 \times m_1 \times w}{\gamma_1 \times m_2} \quad \dots \dots \dots \text{(A.1)}$$

式中:

γ_1 —标样溶液中咪鲜胺与内标物峰面积比的平均值;

γ_2 —试样溶液中咪鲜胺与内标物峰面积比的平均值;

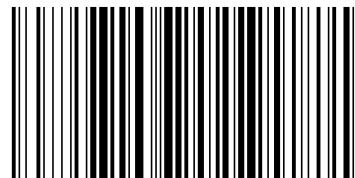
m_1 —标样的质量, 单位为克(g);

m_2 —试样的质量, 单位为克(g);

w —标样中咪鲜胺的质量分数, 以%表示。

A.7 允许差

两次平行测定结果之差应不大于 1.5%, 取其算术平均值作为测定结果。



GB 22623-2008

版权专有 侵权必究

*

书号: 155066 · 1-36183
定价: 14.00 元

中华人民共和国国家标准

GB 22623—2008

咪 鲜 胺 原 药

Prochloraz technical

2008-12-17 发布

2009-06-01 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)

毛细管气相色谱法测定咪鲜胺质量分数的方法

A.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解,以邻苯二甲酸二异辛酯为内标物,使用 HP-5(5%苯甲基硅酮)键合的石英毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的咪鲜胺进行毛细管气相色谱分离和测定。

A.2 试剂和溶液

三氯甲烷;

咪鲜胺标样:已知质量分数 $w \geq 98.0\%$;

邻苯二甲酸二异辛酯:应不含有干扰分析的杂质;

内标溶液:称取 2.5 g 的邻苯二甲酸二异辛酯于 500 mL 的容量瓶中,用丙酮溶解、定容、摇匀。

A.3 仪器

气相色谱仪:具氢火焰离子化检测器;

色谱柱:30 m×0.32 mm (i. d.) 石英毛细管柱,内壁键合 HP-5(5%苯甲基硅酮),膜厚 0.25 μm ;
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):柱室 235、气化室 260、检测室 280;

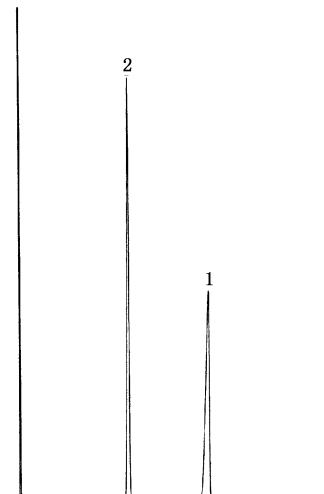
气体流量(mL/min):载气 (N_2) 2.0、补偿气 (N_2) 25、氢气 40、空气 400;

分流比:40:1;

进样体积:1.0 μL ;

保留时间:咪鲜胺:约 11.8 min、内标物:约 7.3 min。

上述气相色谱操作条件,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。典型的咪鲜胺原药与内标物的气相色谱图见 A.1。



1——咪鲜胺;

2——内标物。

图 A.1 咪鲜胺原药与内标物的气相色谱图

中华人民共和国

国家标 准

咪 鲜 胺 原 药

GB 22623—2008

*

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 4 月第一版 2009 年 4 月第一次印刷

*

书号:155066·1-36183 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

4.7 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.8 产品的检验与验收

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 咪鲜胺原药的标志、标签和包装应符合 GB 3796 的规定。

5.2 咪鲜胺原药应用清洁、干燥的铁桶包装,每桶净含量一般为 200 kg 或 250 kg。也可根据用户要求或订货协议采用其他形式的包装,但需符合 GB 3796 的规定。

5.3 咪鲜胺原药包装件应贮存在通风、干燥的库房中。

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:本品属低毒杀菌剂。吞噬和吸入均有毒,可经皮肤渗入。使用本品时要戴防护镜和胶皮手套穿必要的防护衣物。施药后应用肥皂和清水冲洗。误服者应立即送医院对症治疗。

5.6 验收期:咪鲜胺原药的验收期为 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 章是强制性的,其余是推荐性的。

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(SAC/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:乐斯化学有限公司、南京红太阳股份有限公司、南通江山农药化工股份有限公司。

本标准主要起草人:侯春青、武铁军、陈呈新、刘奎涛、王志敏、段文胜。