

UDC 632.95 : 543.06



中华人民共和国国家标准

GB 6690—86

久效磷含量分析方法

Analytical method of content for monocrotophos

1986-08-13 发布

1987-07-01 实施

国家 标 准 局 批 准

中华人民共和国国家标准
久效磷含量分析方法

UDC 632.95:543
.06

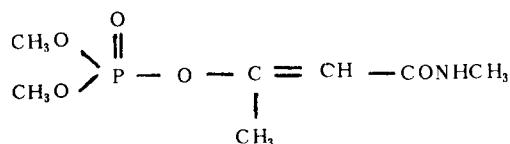
GB 6690—86

Analytical method of content
for monocrotophos

本标准适用于久效磷原药、乳油和液剂的有效体含量的测定。

有效成分: O, O-二甲基-O-(2-甲胺甲酰-1-甲基乙烯基) 磷酸酯。

结构式:



分子式: C₇H₁₄NO₅P

分子量: 223.17 (按1983年国际原子量)

1 气-液色谱法

样品用氯仿溶解, 以正二十烷(或邻苯二甲酸二丙酯)为内标, 使用OV-17/Gas ChromQ为填充物的玻璃柱和氢火焰离子化检测器, 对久效磷进行分离和定量。

1.1 仪器

1.1.1 气相色谱仪(氢火焰检测器): 具有玻璃柱、玻璃气化室或柱头进样装置。

1.1.2 记录仪: XWC-100型、5mV(或电子积分仪)。

1.1.3 色谱柱: 长2m, 内径2.2~4.0mm的硼硅玻璃柱。

1.1.4 填充物: 7% OV-17/Gas ChromQ(或相同性能的担体) 80~100目。

1.1.5 玻璃棉: 经硅烷化处理。

1.2 试剂

如无其他说明, 分析中所用的水系蒸馏水, 溶剂的纯度皆为分析纯; 色谱所用气体符合分析要求。

1.2.1 久效磷标准品: 纯度不应低于98.0%;

1.2.2 内标物: 正二十烷(或邻苯二甲酸二丙酯), 分析纯。

1.3 色谱柱的制备

1.3.1 色谱柱的填充

将一小玻璃漏斗用乳胶管接到洗净、烘干的玻璃柱入口端, 柱子的出口端裹以纱布后接到真空泵上。开启真空泵, 控制适当的负压, 从漏斗中分次加入已制备好的填充物, 同时用小木棒不断轻敲柱壁, 使填充物在柱内均匀、紧密。取下柱子, 在其入口和出口端塞一小团经硅烷化处理的玻璃棉, 并适当压紧, 以保持填充物不被移动。

1.3.2 色谱柱的老化

将色谱柱入口端与气化室相连, 出口端先不接检测器, 以20ml/min的载气(氮气)流量, 分阶段升温老化, 至235℃后, 保持至少48h。

1.3.3 色谱柱的钝化

待色谱柱老化完毕, 将柱温降至约170℃, 用50μl注射器向汽化室内注入三甲基氯硅烷(或其他