

团 体 标 准

T/CCPIA 001-2019

30%毒死蜱微囊悬浮剂

30% Chlorpyrifos capsule suspension

2019-02-25 发布

2019-03-01 实施

中国农药工业协会 发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由中国农药工业协会提出。

本标准由中国农药工业协会归口。

本标准起草单位：江苏丰山集团股份有限公司、江苏宝灵化工股份有限公司、济南绿霸农药有限公司、青岛金尔农化研制开发有限公司、农业农村部农药检定所。

本标准主要起草人：黄伟、何智宇、顾海亚、金明华、殷汉军、韩增瑞、夏荣、郭海霞。

团体标准

30%毒死蜱微囊悬浮剂

1 范围

本标准规定了30%毒死蜱微囊悬浮剂的要求、试验方法、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运。

本标准适用于由符合标准的毒死蜱原药、高分子成囊材料和必要的助剂加工制成的30%毒死蜱微囊悬浮剂。

注：毒死蜱及其相关杂质治螟磷的其他名称、结构式和基本物化参数参见附录A。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 1601 农药pH值的测定方法

GB/T 1604 商品农药验收规则

GB/T 1605—2001 商品农药采样方法

GB 3796 农药包装通则

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 14825—2006 农药悬浮率测定方法

GB/T 16150—1995 农药粉剂、可湿性粉剂细度测定方法

GB/T 19136—2003 农药热贮稳定性测定方法

GB/T 28137 农药持久起泡性测定方法

GB/T 31737 农药倾倒性测定方法

3 要求

3.1 外观

应为可流动、易测量体积的乳白色或灰色的悬浮液体，存放过程中可能出现沉淀或分层，但经摇动应恢复原状，不应有结块。

3.2 技术指标

30%毒死蜱微囊悬浮剂还应符合表1要求。

表 1 30%毒死蜱微囊悬浮剂控制项目指标

项 目		指 标	
毒死蜱质量分数/%		30.0 ^{+1.5} _{-1.5}	
游离毒死蜱质量分数/%		≤	3.0
治螟磷质量分数 ^a /%		≤	0.1
pH 范围		4.5~7.5	
倾倒性	倾倒后残余物/%	≤	5.0
	洗涤后残余物/%	≤	0.5
悬浮率/%		≥	80
湿筛试验（通过 75 μm 试验筛）/%		≥	98
持久起泡性（1 min 后泡沫量）/mL		≤	40
自发分散性/%		≥	90
释放速率（20 min） ^b /%		≥	90
冻融稳定性 ^a		合格	
热储稳定性 ^a		合格	
^a 正常生产时治螟磷质量分数、冻融稳定性、热储稳定性试验每 3 个月至少测定一次。 ^b 释放速率仅适用于具有缓释或控释功能的微囊悬浮剂，具体控制指标和测定方法应根据产品特性进行相应调整。			

4 试验方法

安全提示：使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规的规定。

4.1 一般规定

本标准所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和GB/T 6682—2008中规定的三级水。检验结果的判定按GB/T 8170—2008中4.3.3进行。

4.2 抽样

按GB/T 1605—2001中的5.3.2方法进行，用随机数法确定抽样的包装件；最终抽样量不少于800 mL。

4.3 鉴别试验

液相色谱法——本鉴别试验可与毒死蜱质量分数的测定同时进行，在相同的色谱操作条件下，试样溶液某一色谱峰的保留时间与标准溶液毒死蜱色谱峰的保留时间，其相对差值应在1.5%以内。

4.4 毒死蜱质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样用流动相溶解，以乙腈+水+乙酸为流动相，使用以C₁₈为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在290 nm下对试样中的毒死蜍进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。也可采用气相色谱法测定毒死蜍质量分数，色谱操作条件参见附录B。

4.4.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

甲醇：色谱纯。

乙酸。

N,N-二甲基甲酰胺。

水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

毒死蜍标样：已知质量分数， $\omega \geq 99.0\%$ 。

4.4.3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外可见检测器。

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装C₁₈、3.5 μm填充物（或同等效果的色谱柱）。

过滤器：滤膜孔径约0.45 μm。

微量进样器：50 μL。

定量进样管：5 μL。

超声波清洗器。

4.4.4 高效液相色谱操作条件

流动相： ψ (乙腈：水：乙酸)=82：17.5：0.5，经滤膜过滤，并进行超声脱气。

流速：1.0 mL/min。

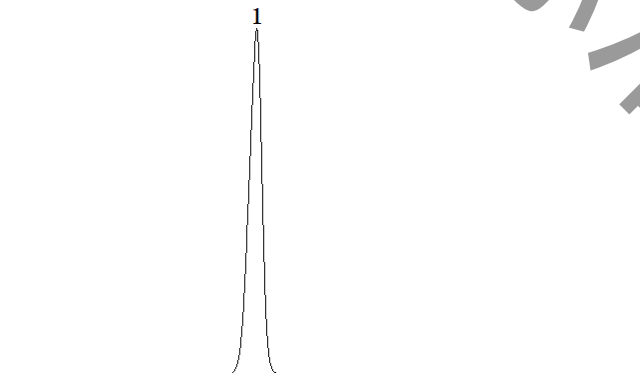
柱温：室温（温差应不大于2℃）。

检测波长：290 nm。

进样体积：5 μL。

保留时间：毒死蜍约7.5 min。

上述操作参数是典型的，可根据不同仪器特点对给定的操作参数做适当调整，以期获得最佳效果。典型的30%毒死蜍微囊悬浮剂高效液相色谱图见图1。



说明：

1——毒死蜍。

图1 30%毒死蜍微囊悬浮剂高效液相色谱图

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的制备

称取0.1 g(精确至0.000 1 g)毒死蜱标样于50 mL容量瓶中,加入甲醇定容至刻度,超声波振荡10 min使标样溶解,冷却至室温,摇匀。用移液管移取5 mL上述溶液于另一只50 mL容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的制备

称取含0.1 g(精确至0.000 1 g)毒死蜱的试样于50 mL容量瓶中,加入10 mL *N,N*-二甲基甲酰胺,超声波振荡10 min使试样溶解,冷却至室温,用甲醇定容至刻度,摇匀。用移液管移取5 mL上述溶液于另一只50 mL容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀,过滤。

4.4.5.3 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,直至相邻两针毒死蜱峰面积相对变化小于1.2%后,按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

4.4.5.4 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的毒死蜱峰面积分别进行平均,试样中毒死蜱质量分数按式(1)计算:

$$\omega_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times \omega}{A_1 \times m_2} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

ω_1 ——试样中毒死蜱的质量分数,以%表示;

A_1 ——标样溶液中毒死蜱峰面积的平均值;

A_2 ——试样溶液中毒死蜱峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——试样的质量的数值,单位为克(g);

ω ——标样中毒死蜱的质量分数,以%表示。

4.4.6 允许差

毒死蜱质量分数两次平行测定结果之差,应不大于0.6%,取其算术平均值作为测定结果。

4.5 游离毒死蜱质量分数的测定

4.5.1 方法提要

取一定量的试样置于广口玻璃瓶中,加入水和内标溶液,放置在转动装置上。转动一定时间后,使用HP-5毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对有机相中的毒死蜱进行气相色谱分离,内标法定量。

4.5.2 试样和溶液

正己烷:色谱纯。

毒死蜱标样:已知质量分数,≥99.0%。

内标物：邻苯二甲酸二正戊酯，应不含有干扰色谱分析的杂质。

内标溶液：称取 0.08 g 邻苯二甲酸二正戊酯，置于 1 000 mL 容量瓶中，用正己烷溶解并稀释至刻度，摇匀。

4.5.3 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。

色谱柱：HP-5 30 m×0.32 mm (i.d.) 毛细管柱，膜厚0.25 μm（或具有同等效果的色谱柱）。

微量进样器：10 μL。

带有至少两个转动轮的转动装置（见图2）。

计时器：能精确到秒。

广口玻璃瓶：容量60 mL，直径3.5 cm，具有不被溶剂腐蚀并带有衬垫的塑料盖。

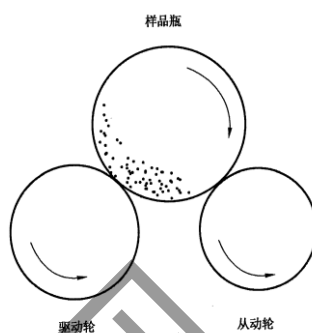


图2 样品瓶和转动装置（侧视图）

4.5.4 色谱操作条件

温度：柱温180 ℃，汽化室250 ℃，检测器250 ℃。

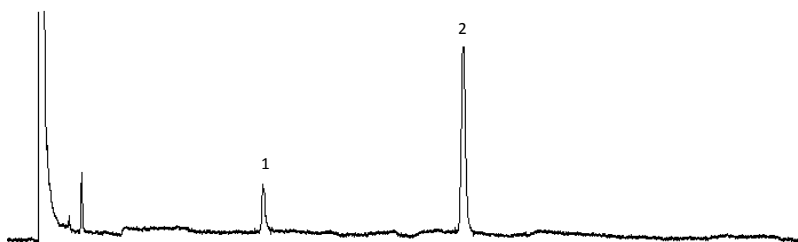
气体流量（mL/min）：载气（N₂）2.0，氢气30，空气300。

分流比：30 : 1。

进样量：1.0 μL。

保留时间：毒死蜱约6.5 min，邻苯二甲酸二正戊酯约11.2 min。

上述操作条件为典型操作系数，可根据不同仪器特点对给定的操作参数作适当的调整，以期获得最佳效果，典型的30%毒死蜱微囊悬浮剂中游离毒死蜱与内标物的气相色谱图见图3。



说明：

- 1——毒死蜱；
2——邻苯二甲酸二正戊酯。

图3 30%毒死蜱微囊悬浮剂中游离毒死蜱与内标物气相色谱图

4.5.5 测定步骤

4.5.5.1 标样溶液的制备

称取 0.05 g (精确至 0.000 1 g) 毒死蜱标样于 10 mL 容量瓶中，用正己烷稀释至刻度，摇匀，用移液管移取该溶液 1 mL 于 100 mL 锥形瓶中，准确移入内标溶液 50 mL，摇匀。

4.5.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.07~0.08 g (精确至 0.000 1 g) 毒死蜱的试样，置于 60 mL 干净的广口玻璃瓶中，准确加入 6 mL 水，用移液管准确移取 50 mL 内标溶液到玻璃瓶中。盖上瓶盖，立即将其放置在转动装置上，设置合适的滚轴转速，使玻璃瓶以每分钟 60~80 转的转速水平滚动，同时开启计时器。5 min (± 10 s) 后将瓶子从转动装置上移走，并立即移取约 1 mL 正己烷层溶液至气相进样瓶中（注意移取的溶液不要混入水层的悬浮剂）。

4.5.5.3 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，直至相邻两针毒死蜱与内标物峰面积比相对变化小于 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。

4.5.5.4 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的毒死蜱与内标物峰面积之比分别进行平均，试样中游离毒死蜱质量分数按式 (2) 计算：

$$\omega_2 = \frac{r_2 \times m_1 \times \omega}{r_1 \times m_2 \times 10} \dots\dots\dots(2)$$

式中：

- ω_2 ——游离毒死蜱的质量分数，以%表示；
 r_1 ——两针标样溶液中毒死蜱与内标物峰面积之比的平均值；
 r_2 ——两针试样溶液中毒死蜱与内标物峰面积之比的平均值；
 m_1 ——标样的质量的数值，单位为克 (g)；
 m_2 ——试样的质量的数值，单位为克 (g)；
 ω ——标样中毒死蜱的质量分数，以%表示；
 10——换算系数。

4.5.6 允许差

游离毒死蜱质量分数两次平行测定结果相对偏差，应不大于 10%，取其算术平均值作为测定结果。

4.6 治螟磷质量分数的测定

4.6.1 方法提要

试样用丙酮溶解，以邻苯二甲酸二丙烯酸酯为内标物，使用 HP-5 毛细管柱和氢火焰离子化检测器，

对试样中的治螟磷进行气相色谱分离，内标法定量。

4.6.2 试样和溶液

丙酮。

治螟磷标样：已知质量分数， $\geq 95.0\%$ 。

内标物：邻苯二甲酸二丙烯酸酯，应不含有干扰分析的杂质。

内标溶液：称取0.25 g邻苯二甲酸二丙烯酸酯，置于50 mL容量瓶中，用丙酮溶解并稀释至刻度，摇匀。

4.6.3 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。

色谱柱：HP-5 30 m \times 0.32 mm (i.d.) 毛细管柱，膜厚0.25 μm （或具有同等效果的色谱柱）。

过滤器：滤膜孔径约0.45 μm 。

微量进样器：10 μL 。

超声波清洗器。

4.6.4 气相色谱操作条件

气体流量 (mL/min)：载气 (N₂) 2.0，氢气40，空气450。

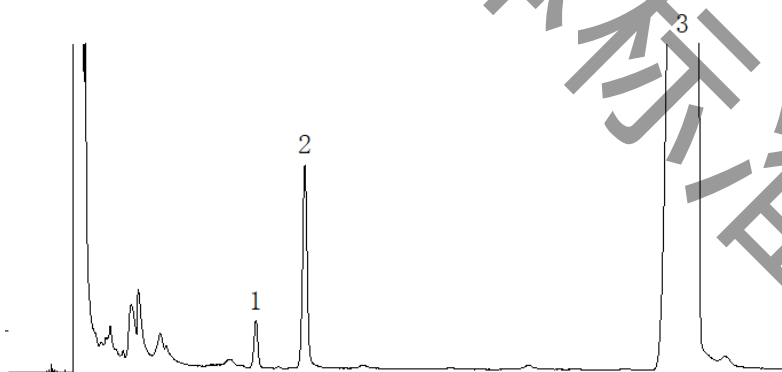
温度：柱室180 $^{\circ}\text{C}$ ，气化室250 $^{\circ}\text{C}$ ，检测室250 $^{\circ}\text{C}$ 。

分流比：30 : 1。

进样体积：1.0 μL 。

保留时间：治螟磷约2.6 min；邻苯二甲酸二丙烯酸酯约3.0 min；毒死蜱约6.8 min。

上述操作参数是典型的，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30%毒死蜱微囊悬浮剂中治螟磷与内标物的气相色谱图见图4。



说明：

1——治螟磷；

2——邻苯二甲酸二丙烯酸酯；

3——毒死蜱。

图4 30%毒死蜱微囊悬浮剂中治螟磷与内标物气相色谱图

4.6.5 测定步骤

4.6.5.1 标样溶液的制备

称取 0.05 g (精确到 0.000 1 g) 治螟磷标样于 50 mL 容量瓶中, 用丙酮溶解并定容至刻度, 摇匀。用移液管移取上述标样溶液 5 mL 于 25 mL 容量瓶中, 并用移液管加入 1 mL 内标溶液, 用丙酮稀释至刻度, 摇匀。

4.6.5.2 试样溶液的制备

称取 4.0 g (精确到 0.000 1 g) 的试样于 25 mL 容量瓶中, 用 4.6.5.1 的同一移液管加入 1 mL 内标溶液, 用丙酮稀释至刻度, 超声波振荡 10 min 使试样溶解, 冷却至室温, 摇匀, 过滤。

4.6.5.3 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, 直至相邻两针治螟磷与内标物峰面积比相对变化小于 2% 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。

4.6.5.4 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治螟磷与内标物峰面积之比, 分别进行平均。试样中治螟磷的质量分数按式 (3) 计算:

$$\omega_3 = \frac{r_2 \times m_1 \times \omega}{r_1 \times m_2 \times 10} \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- ω_3 ——试样中治螟磷的质量分数, 以%表示;
- r_1 ——两针标样溶液中治螟磷与内标物峰面积之比的平均值;
- r_2 ——两针试样溶液中治螟磷与内标物峰面积之比的平均值;
- m_1 ——标样的质量的数值, 单位为克 (g);
- m_2 ——试样的质量的数值, 单位为克 (g);
- ω ——标样中治螟磷的质量分数, 以%表示;
- 10——标样稀释倍数。

4.6.6 允许差

治螟磷质量分数两次平行测定结果相对偏差, 应不大于 30%, 取其算术平均值作为测定结果。

4.7 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.8 倾倒性的测定

按 GB/T 31737 进行。

4.9 释放速率的测定

4.9.1 方法提要

称取一定量试样于锥形瓶中，分别加入水和甲醇。在规定的条件下，于恒温水浴磁力搅拌器中均匀搅拌一定时间，测定溶液中毒死蜱质量，计算其释放速率。

4.9.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水：超纯水。

4.9.3 仪器

恒温水浴磁力搅拌器：温度（30±2）℃，转速1 000 r/min。

转子：15 mm×5 mm（中部直径）。

过滤器：滤膜孔径约0.45 μm。

4.9.4 测定步骤

称取0.4 g（准确至0.000 1 g）试样，置于100 mL锥形瓶中，用移液管加入25 mL、（30±2）℃超纯水使试样分散，再用移液管加入75 mL、（30±2）℃甲醇，加入转子，盖上盖子。将锥形瓶放入恒温水浴磁力搅拌器中，控制温度（30±2）℃，转速1 000 r/min，均匀搅拌20 min，静置，过滤。按4.4测定毒死蜱的质量，计算释放速率。

4.9.5 计算

试样在甲醇水溶液中 20 min 后释放速率按式（4）计算：

$$\omega_4 = \frac{m_2}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中：

ω_4 ——释放速率，以%表示；

m_1 ——所称取试样中毒死蜱质量的数值，单位为（g）；

m_2 ——溶液中毒死蜱质量的数值，单位为（g）。

4.10 自发分散性的测定

4.10.1 方法提要

用标准硬水将待测试样配置成适当浓度的悬浮液。在规定条件下，于量筒中静置一定时间，测定底部十分之一悬浮液中有效成分质量，计算其自发分散性。

4.10.2 试剂

标准硬水： $\rho(\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}) = 342 \text{ mg/L}$ ， $\text{pH} = 6.0 \sim 7.0$ ，按 GB/T 14825—2006 配制。

4.10.3 仪器

量筒：250 mL，带磨口玻璃塞，0~250 mL 刻度间距为 20.0 cm~21.5 cm，250 mL 刻度线与塞子底部之间距离应为 4 cm~6 cm。

玻璃吸管：长约 40 cm，内径约为 5 mm，一端尖处有约 2 mm~3 mm 的孔，管的另一端连接在相应的抽气源上。

恒温水浴：30℃±2℃，水浴液面应没过量筒颈部。

4.10.4 测定步骤

在 250 mL 量筒中加入 237.5 mL (30℃±2℃) 的标准硬水，然后放于天平上，加入 12.5 mL 样品，记录加入样品质量，盖上塞子，以量筒底部为轴心，将量筒上下颠倒 1 次。打开塞子，再垂直放入无振动的恒温水浴中，避免阳光直射，放置 5 min。用吸管在 10 s~15 s 内将内容物的 9/10 (即 225 mL) 悬浮液移出，不要摇动或挑起量筒内的沉降物，确保吸管的顶端总是在液面下几毫米处。

按 4.4 测定留在量筒底部 25 mL 悬浮液中的有效成分质量。

4.10.5 计算

试样的自发分散性按式 (5) 计算：

$$\omega_5 = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times \frac{10}{9} \times 100 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中：

ω_5 ——自发分散性，以%表示；

m_1 ——配制悬浮液所取试样中毒死蜍质量，单位为 (g)；

m_2 ——留在量筒底部 25 mL 悬浮液中毒死蜍质量，单位为 (g)；

$\frac{10}{9}$ ——换算系数。

4.11 悬浮率的测定

称取 1.0 g (精确 0.000 1 g) 试样，按 GB/T 14825—2006 中 4.2 进行。将量筒底部剩余的 1/10 悬浮液及沉淀物全部转移到 100 mL 容量瓶中，加入 10 mL *N,N*-二甲基甲酰胺，用 40 mL 甲醇分三次洗涤量筒底，洗涤液并入容量瓶，超声波振荡 10 min 使试样溶解，冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀，过滤。按 4.4 测定毒死蜍的质量并计算悬浮率。

4.12 湿筛试验

按 GB/T 16150—1995 中 2.2 进行。

4.13 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 进行。

4.14 冻融稳定性试验

取一定量的试样密封，在 (-10±2)℃ 和 (20±2)℃ 之间做四个循环，每个循环为结冻 18 h，融化 6 h，恢复至室温，观察外观，测定游离毒死蜍质量分数、自发分散性、pH 值、倾倒性、悬浮率和湿筛试验仍符合标准要求为合格。

4.15 热储稳定性试验

按 GB/T 19136—2003 中 2.1 进行，热储后，毒死蜍质量分数不低于储前的 95%，游离毒死蜍质量分数、治螟磷质量分数、pH 值、自发分散性、倾倒性、悬浮率和湿筛试验符合标准要求为合格。

5 验收和质量保证期

5.1 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

5.2 质量保证期

在规定的储运条件下，30%毒死蜱微囊悬浮剂质量保证期从生产日期起为2年。质量保证期内，各项指标均应符合标准要求。

6 标志、标签、包装、储运

6.1 标志、标签和包装

30%毒死蜱微囊悬浮剂的标志、标签和包装，应符合 GB 3796 的规定。

30%毒死蜱微囊悬浮剂采用塑料桶和塑料瓶包装，每桶净重 25 kg、50 kg 或 200 kg，每瓶净含量 250 g 或 500 g。纸箱或钙塑箱包装，每箱 5 kg 或 10 kg；根据用户要求或定货协议，可以采用其他形式的包装，但要符合 GB 3796 中的有关规定。

6.2 储运

包装件应存放在通风、干燥的库房中。30%毒死蜱微囊悬浮剂储运时严防潮湿、高温和热晒，不得与食物、饲料混放，避免与皮肤，眼睛接触，防止由口鼻吸入。

附录 A
(资料性附录)

毒死蜱及其相关杂质治螟磷的其他名称、结构式和基本物化参数

A.1 本产品有效成分毒死蜱的其他名称、结构式和基本物化参数

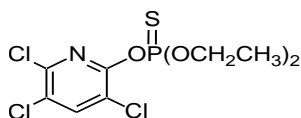
中文通用名：毒死蜱

ISO通用名：Chlorpyrifos

CAS登记号：2921-88-2

化学名称：O，O-二乙基-O-(3，5，6-三氯-2-吡啶基)硫代磷酸酯

结构式：



实验式：C₉H₁₁Cl₃NO₃PS

相对分子质量：350.6

生物活性：杀虫

熔点：42 °C~43.5 °C

溶解度 (g/kg, 25 °C)：水中1.4 mg/L，苯7 900，丙酮6 500，氯仿6 300，二硫化碳5 900，乙醚5 100，二甲苯5 000，异辛醇790，甲醇450

稳定性：随pH增加水解速度加快，存在铜和其他金属会形成螯合物；DT₅₀ 1.5 d (水，pH=8，25 °C) 到100 d (磷酸盐缓冲液，pH=7，15 °C)。

A.2 本产品中相关杂质治螟磷的名称、结构式和基本物化参数

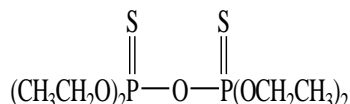
中文通用名：治螟磷

ISO通用名：Sulfotep

CAS登记号：3689-24-5

化学名称：O,O,O',O'-四乙基二硫代焦磷酸酯

结构式：



实验式：C₈H₂₀O₅P₂S₂

相对分子质量：322.32

蒸汽压 (20 °C)：14 mPa

溶解度 (20 °C)：水中10 mg/L，可以和大多数有机溶剂混溶，难溶于石油醚

稳定性：水解较慢，DT₅₀ 10.7 d (水，pH=4，22 °C)、8.2 d (水，pH=7，22 °C)、9.1 d (水，pH=9，22 °C)。

附 录 B
(资料性附录)
毒死蜱的气相色谱测定方法

B.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解，以邻苯二甲酸二正戊酯为内标物，使用HP-5毛细管柱和氢火焰离子化检测器，对试样中的毒死蜱进行气相色谱分离，内标法定量。

B.2 试剂和溶液

三氯甲烷。

毒死蜱标准品：已知质量分数， $\omega \geq 99.0\%$ 。

内标物：邻苯二甲酸二正戊酯，应不含有干扰色谱分析的杂质。

内标溶液：称取邻苯二甲酸二正戊酯4 g（精确至0.1 g）于500 mL容量瓶中，用三氯甲烷溶解定容，摇匀，备用。

B.3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器。

色谱柱：HP-5 30 m×0.32 mm（内径）毛细管柱，膜厚0.25 μm 。

微量进样器：10 μL 。

B.4 高效液相色谱操作条件

温度：柱温180 $^{\circ}\text{C}$ ，气化室250 $^{\circ}\text{C}$ ，检测器250 $^{\circ}\text{C}$ 。

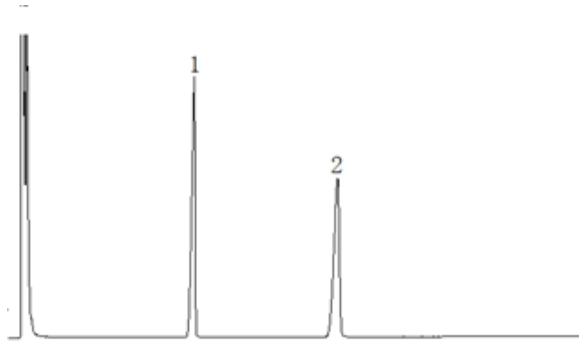
气体流量（mL/min）：载气（ N_2 ）2.0，氢气30，空气300。

分流比：30 : 1。

进样量：1.0 μL 。

保留时间：毒死蜱约6.5 min，邻苯二甲酸二正戊酯约11.2 min。

上述操作条件为典型操作系数，可根据不同仪器特点，对给定的操作参数作适当的调整，以期获得最佳效果，典型的30%毒死蜱微囊悬浮剂中毒死蜱与内标物的气相色谱图见图B.1。



说明:

1——毒死蜱;

2——邻苯二甲酸二正戊酯。

图B.1 30%毒死蜱微囊悬浮剂中毒死蜱与内标物的气相色谱图

B.5 测定步骤

B.6 标样溶液的制备

称取0.1 g (精确至0.000 1 g) 毒死蜱标样于一具塞玻璃瓶中, 加入5 mL *N, N*-二甲基甲酰胺后, 用移液管准确加入5 mL内标溶液, 摇匀。

B.7 试样溶液的制备

称取含毒死蜱 0.1 g (精确至 0.000 1 g) 的试样于一具塞玻璃瓶中, 加入 5 mL *N, N*-二甲基甲酰胺将样品溶解后, 用移液管准确加入 5 mL 内标溶液, 摇匀。

B.8 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, 直至相邻两针毒死蜱与内标物峰面积比相对变化小于 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。

B.9 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的毒死蜱与内标物峰面积之比分别进行平均, 试样中毒死蜱质量分数按式(B.1)计算:

$$\omega_1 = \frac{r_2 \times m_1 \times \omega}{r_1 \times m_2} \dots\dots\dots(B.1)$$

式中:

ω_1 ——试样中毒死蜱的质量分数, 以%表示;

r_1 ——两针标样溶液中毒死蜱与内标物峰面积之比的平均值;

r_2 ——两针试样溶液中毒死蜱与内标物峰面积之比的平均值;

m_1 ——标样的质量的数值，单位为克(g)；
 m_2 ——试样的质量的数值，单位为克(g)；
 ω ——标样中毒死蜱的质量分数，以%表示。

B.10 允许差

毒死蜱质量分数两次平行测定结果之差，应不大于0.6%，取其算术平均值作为测定结果。

CCPIA

团体标准