



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 0828—1999

出口扑草净可湿性粉剂中 扑草净的测定方法

Method for the determination of prometryn in
prometryn wettable powder for export

1999-12-30 发布

2000-05-01 实施

中华人民共和国国家出入境检验检疫局 发布

前 言

本标准是按照GB/T 1.1—1993《标准化工作导则 第1单元：标准的起草与表述规则 第1部分：标准编写的基本规定》的要求编写的。其中测定方法是参考国内外有关文献，经研究、改进和验证后而制定的。

本标准的附录A是提示的附录。

本标准由中华人民共和国国家出入境检验检疫局提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国吉林出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：高歌、陈明岩、荣会。

本标准系首次发布的行业标准。

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

出口扑草净可湿性粉剂中 扑草净的测定方法

SN/T 0828—1999

Method for the determination of prometryn in
prometryn wettable powder for export

1 范围

本标准规定了出口扑草净可湿性粉剂中扑草净含量的气相色谱测定方法。

本标准适用于出口扑草净可湿性粉剂中扑草净含量的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

SN/T 0835—1999 进出口农药采样方法

3 取样和制样

取样和制样按 SN/T 0835 进行。

4 测定方法

4.1 方法提要

试样经邻苯二甲酸二丁酯为内标物的 N,N-二甲基甲酰胺溶液溶解,离心,用配有氢火焰检测器的气相色谱仪测定,内标法定量。

4.2 试剂和材料

4.2.1 N,N-二甲基甲酰胺:色谱纯。

4.2.2 扑草净标准品:纯度 $\geq 99\%$ 。

4.2.3 邻苯二甲酸二丁酯:纯度 $\geq 99\%$ 。

4.2.4 邻苯二甲酸二丁酯内标溶液:准确称取适量的邻苯二甲酸二丁酯,用 N,N-二甲基甲酰胺溶解并配成浓度约为 0.20 mg/mL 的内标溶液。

4.2.5 扑草净标准溶液:准确称取适量的扑草净标准品,用邻苯二甲酸二丁酯内标溶液溶解并配成浓度约为 5.00 mg/mL 的标准溶液。吸取 1.00 mL 此溶液用内标溶液稀释至 10.00 mL,作为标准工作液,浓度约为 0.50 mg/mL。

4.3 仪器和设备

4.3.1 气相色谱仪并配有氢火焰离子化检测器。

4.3.2 容量瓶:10 mL。

4.3.3 超声波清洗机。

4.3.4 离心机。

4.3.5 微量进样器:10 μ L。

4.4 测定步骤

4.4.1 试样处理

称取适量样品(约含 0.05 g 扑草净)于 10 mL 容量瓶中,加 5 mL 内标溶液置超声波浴超声 15 min。用内标溶液定容,转入 10 mL 离心管中,于 2 000 r/min 离心 10 min。吸取 1.00 mL 上清液于另一清洁的 10 mL 容量瓶中,加内标溶液定容,摇匀,待测定。

4.4.2 测定

4.4.2.1 气相色谱条件

- a) 色谱柱:2 m $\times$ 4 mm(内径)的玻璃柱,内装涂以聚乙二醇 20 000(5%,m/m)的固定液的(150~180) μ m(80~100 目)Gas chrom Q;
- b) 色谱柱温度:215 $^{\circ}$ C;
- c) 进样口温度:230 $^{\circ}$ C;
- d) 检测器温度:230 $^{\circ}$ C;
- e) 载气:氮气,纯度 $\geq$ 99.99%,20 mL/min;
- f) 氢气:纯度 $\geq$ 99.99%,40 mL/min;
- g) 空气:400 mL/min;
- h) 进样量:1 μ L。

4.4.2.2 色谱测定

在选定的色谱条件下,待仪器稳定后,对标准工作溶液和样液等体积参插进样测定。在上述色谱条件下,邻苯二甲酸二丁酯(内标物)和扑草净的保留时间分别约为 7.7 min 和 12.2 min。标准品的气相色谱图见附录 A 中图 A1。

4.4.3 空白试验

除不加试样外,均按上述测定步骤进行。

4.5 结果计算和表述

用色谱数据处理机或按式(1)计算试样中扑草净的含量:

$$x = (h/h') \times (h_i'/h_i) \times (c'/c) \times (m_i/m_i') \times p \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: x ——扑草净的含量, %;

h ——样液中测得扑草净的色谱峰高, mm;

h' ——标准溶液中测得扑草净的色谱峰高, mm;

h_i ——样液中内标物的色谱峰高, mm;

h_i' ——标准溶液中内标物的色谱峰高, mm;

c' ——标准液中扑草净的浓度, mg/mL;

c ——标准液中内标物的浓度, mg/mL;

m_i ——样液中加入内标物的质量, g;

m_i' ——试样质量, g;

p ——标样的纯度, % (m/m)。

注: 计算结果须将空白值扣除。

附录 A

(提示的附录)

扑草净标准品的气相色谱图

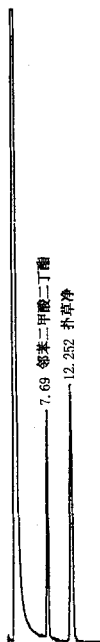


图 A1 扑草净标准品气相色谱图