

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 4432—2023

农药产品中有效成分含量测定
通用分析方法 气相色谱法

General methods for determination of active ingredient content of pesticides—
Gas chromatography (GC)

2023-12-22 发布

2024-05-01 实施

中华人民共和国农业农村部 发布

目 次

前言	VII
引言	VIII
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	2
4 通用要求	2
4.1 试剂和溶液	2
4.2 仪器	2
4.3 色谱柱	2
4.4 载气“SS”	3
4.5 溶液的制备	3
4.6 测定	3
4.7 计算	3
5 试验方法	4
5.1 1-甲基环丙烯(1-methylcyclopropene)	4
5.2 2,4-滴丁酯(2,4-D butylate)	5
5.3 2,4-滴异辛酯(2,4-D-ethylhexyl)	5
5.4 2-甲-4-氯异辛酯(MCPA-isooctyl)	5
5.5 <i>d</i> -柠檬烯(D-limonene)	6
5.6 <i>Es</i> -生物烯丙菊酯(esbiothrin)	6
5.7 <i>S</i> -氰戊菊酯(esfenvalerate)	7
5.8 <i>S</i> -生物烯丙菊酯(<i>S</i> -bioallethrin)	8
5.9 <i>S</i> -烯虫酯(<i>S</i> -methoprene)	9
5.10 α -氯代醇(3-chloropropan-1,2-diol)	10
5.11 桉油精(eucalyptol)	11
5.12 氨基乐灵(prodiamine)	11
5.13 胺菊酯(tetramethrin)	12
5.14 胺鲜酯柠檬酸盐(diethyl aminoethyl hexanoate-citrate)	12
5.15 百菌清(chlorothalonil)	14
5.16 拌种灵(amicarthiazol)	14
5.17 倍硫磷(fenthion)	14
5.18 苯噻酰草胺(mefenacet)	15
5.19 苯酰菌胺(zoxamide)	15
5.20 苯线磷(fenamiphos)	15
5.21 苯氧威(fenoxycarb)	16
5.22 吡草醚(pyraflufen-ethyl)	16
5.23 吡唑萘菌胺(isopyrazam)	17
5.24 避蚊胺(diethyltoluamide)	17
5.25 丙草胺(pretilachlor)	18
5.26 丙环唑(propiconazol)	18

5.27	丙炔噁草酮(oxadiargyl)	18
5.28	丙酰芸苔素内酯	18
5.29	丙溴磷(profenofos)	19
5.30	草除灵(benazolin-ethyl)	19
5.31	除虫菊素(pyrethrins)	19
5.32	哒螨灵(pyridaben)	20
5.33	哒嗪硫磷(pyridaphenthione)	20
5.34	稻丰散(phenthoate)	20
5.35	稻瘟灵(isoprothiolane)	21
5.36	滴滴涕(p,p'-DDT)	21
5.37	敌稗(propanil)	21
5.38	敌草胺(napropamide)	22
5.39	敌敌畏(dichlorvos)	22
5.40	敌瘟磷(edifenphos)	22
5.41	地虫硫磷(fonofos)	23
5.42	丁草胺(butachlor)	23
5.43	丁香酚(eugenol)	24
5.44	毒草胺(propachlor)	24
5.45	毒鼠强(tetramine)	25
5.46	毒死蜱(chlorpyrifos)	25
5.47	对二氯苯(p-dichlorobenzene)	25
5.48	对硫磷(parathion)	26
5.49	多效唑(paclbutrazol)	26
5.50	莪术醇(curcumol)	26
5.51	噁草酮(oxadiazon)	27
5.52	噁霉灵(hymexazol)	27
5.53	噁唑菌酮(famoxadone)	27
5.54	二化螟性诱剂:顺-9-十六碳烯醛[(Z)-9-hexadecenal]	28
5.55	二化螟性诱剂:顺-11-十六碳烯醛[(Z)-11-hexadecenal]	29
5.56	二化螟性诱剂:顺-13-十八碳烯醛[(Z)-13-octadecenal]	29
5.57	二甲戊灵(pendimethalin)	29
5.58	二嗪磷(diazinon)	29
5.59	二溴乙烷(ethylene dibromide)	30
5.60	粉唑醇(flutriafol)	30
5.61	氟吡菌酰胺(flupyram)	30
5.62	氟丙菊酯(acrinathrin)	31
5.63	氟虫胺(sulfluramid)	32
5.64	氟啶虫酰胺(flonicamid)	32
5.65	氟硅唑(flusilazole)	33
5.66	氟环唑(epoxiconazole)	33
5.67	氟菌唑(triflumizole)	33
5.68	氟乐灵(trifluralin)	33
5.69	氟硫草定(dithiopyr)	34
5.70	氟酰胺(flutolanil)	34
5.71	氟乙酸钠(sodium fluoroacetate)	35

5.72	氟乙酰胺(fluoroacetamide)	35
5.73	氟唑环菌胺(sedaxane)	36
5.74	氟唑菌苯胺(penflufen)	36
5.75	腐霉利(procymidone)	37
5.76	富右旋反式炔丙菊酯(rich-d-t-prallethrin)	37
5.77	富右旋反式烯丙菊酯(rich-d-transallethrin)	37
5.78	甘氟(glyftor)	37
5.79	高效氯氟氰菊酯(lambda-cyhalothrin)	38
5.80	硅丰环	38
5.81	硅噻菌胺(silthiopham)	38
5.82	禾草丹(thiobencarb)	39
5.83	禾草敌(molinate)	39
5.84	禾草灵(diclofop-methyl)	39
5.85	己唑醇(hexaconazole)	40
5.86	甲拌磷(phorate)	40
5.87	甲草胺(alachlor)	40
5.88	甲基对硫磷(parathion-methyl)	41
5.89	甲基立枯磷(tolclofos-methyl)	41
5.90	甲基硫环磷(phosfolan-methyl)	41
5.91	甲基嘧啶磷(pirimiphos-methyl)	42
5.92	甲基异柳磷(isofenphos-methyl)	42
5.93	甲氰菊酯(fenpropathrin)	43
5.94	甲霜灵(metalaxyl)	43
5.95	甲氧苄氟菊酯(metofluthrin)	43
5.96	腈苯唑(fenbuconazole)	44
5.97	精噁唑禾草灵(fenoxaprop-P-ethyl)	44
5.98	精喹禾灵(quizalofop-P-ethyl)	44
5.99	精异丙甲草胺(s-metolachlor)	44
5.100	菌核净(dimetachlone)	44
5.101	抗倒酯(trinexapac-ethyl)	45
5.102	抗蚜威(pirimicarb)	45
5.103	克草胺(ethachlor)	46
5.104	克菌丹(captan)	46
5.105	苦参碱(matrine)	47
5.106	矿物油(petroleum oil)	47
5.107	喹禾灵(quizalofop-ethyl)	47
5.108	喹硫磷(quinalphos)	47
5.109	喹螨醚(fenazaquin)	47
5.110	乐果(dimethoate)	48
5.111	联苯菊酯(bifenthrin)	48
5.112	联苯三唑醇(bitertanol)	48
5.113	硫丹(endosulfan)	49
5.114	硫环磷(phosfolan)	49
5.115	硫线磷(cadusafos)	49
5.116	林丹(gamma-BHC)	50

5.117	绿盲蝽性信息素:4-氧代-反-2-己烯醛[(2E)-4-oxo-2-hexenal]	50
5.118	绿盲蝽性信息素:丁酸-反-2-己烯酯[(2E)-2-hexen-1-yl butyrate]	51
5.119	氯苯胺灵(chlorpropham)	51
5.120	氯氟吡氧乙酸异辛酯(fluroxypyr-meptyl)	51
5.121	氯氟醚菊酯(meperfluthrin)	51
5.122	氯氟氰菊酯(cyhalothrin)	52
5.123	氯化苦(chloropicrin)	52
5.124	氯烯炔菊酯(chlorempenthrin)	53
5.125	马拉硫磷(malathion)	53
5.126	咪鲜胺(prochloraz)	54
5.127	醚菊酯(etofenprox)	54
5.128	啞菌酯(azoxystrobin)	54
5.129	啞霉胺(pyrimethanil)	54
5.130	灭菌唑(triticonazole)	54
5.131	灭线磷(ethoprophos)	55
5.132	内吸磷(demeton)	55
5.133	扑草净(prometryn)	55
5.134	七氟甲醚菊酯	55
5.135	羟哌酯(icaridin)	56
5.136	噻草酮(metribuzin)	56
5.137	氰戊菊酯(fenvalerate)	57
5.138	氰烯菌酯(phenamacril)	57
5.139	驱蚊酯(ethyl butylacetylaminopropionate)	58
5.140	炔苯酰草胺(propyzamide)	58
5.141	炔丙菊酯(prallethrin)	59
5.142	炔螨特(propargite)	59
5.143	炔咪菊酯(imiprothrin)	59
5.144	噻呋酰胺(thifluzamide)	59
5.145	噻螨酮(hexythiazox)	59
5.146	噻嗪酮(buprofezin)	60
5.147	三氟甲吡醚(pyridalyl)	60
5.148	三环唑(tricyclazole)	60
5.149	三氯杀虫酯(plifenate)	60
5.150	三十烷醇(triacontanol)	61
5.151	三唑醇(triadimenol)	61
5.152	三唑磷(triazophos)	62
5.153	三唑酮(triadimefon)	62
5.154	杀虫脒(chlordimeform)	62
5.155	杀螟硫磷(fenitrothion)	63
5.156	杀扑磷(methidathion)	63
5.157	生物烯丙菊酯(bioallethrin)	63
5.158	十三吗啉(tridemorph)	63
5.159	双甲脒(amitraz)	64
5.160	水胺硫磷(isocarbophos)	64
5.161	顺式氯氰菊酯(alpha-cypermethrin)	65

5.162	四氟苯菊酯(transfluthrin)	66
5.163	四氟甲醚菊酯(dimefluthrin)	66
5.164	四氟醚菊酯(tetramethylfluthrin)	66
5.165	四聚乙醛(metaldehyde)	67
5.166	四溴菊酯(tralomethrin)	67
5.167	速灭威(metolcarb)	68
5.168	特丁津(terbutylazine)	68
5.169	特丁净(terbutryn)	68
5.170	特丁硫磷(terbufos)	69
5.171	萘烯醇	69
5.172	土菌灵(etridiazole)	70
5.173	菱锈灵(carboxin)	70
5.174	五氯硝基苯(quintozene)	71
5.175	戊唑醇(tebuconazole)	71
5.176	西草净(simetryn)	71
5.177	西玛津(simazine)	72
5.178	烯丙苯噻唑(probenazole)	72
5.179	烯丙菊酯(allethrin)	73
5.180	烯效唑(uniconazole)	73
5.181	香芹酚(carvacrol)	73
5.182	硝虫硫磷(xiaochongliulin)	74
5.183	斜纹夜蛾性信息素:顺9反11-十四碳烯乙酸酯[(Z,E)-9,11-tetradecadienyl acetate]	74
5.184	斜纹夜蛾性信息素:顺9反12-十四碳烯乙酸酯((Z,E)-9,12-tetradecadienyl acetate)	75
5.185	缙霉威(iprovalicarb)	75
5.186	辛菌胺	76
5.187	辛菌胺乙酸盐	76
5.188	辛酰溴苯腈(bromoxynil octanoate)	76
5.189	溴苯腈(bromoxynil)	76
5.190	溴螨酯(bromopropylate)	76
5.191	亚胺硫磷(phosmet)	77
5.192	烟碱(nicotine)	77
5.193	野麦畏(triallate)	78
5.194	乙草胺(acetochlor)	78
5.195	乙霉威(diethofencarb)	78
5.196	乙嘧酚(ethirimol)	78
5.197	乙嘧酚磺酸酯(bupirimate)	79
5.198	乙蒜素(ethylicin)	79
5.199	乙羧氟草醚(fluoroglycofen-ethyl)	80
5.200	乙氧氟草醚(oxyfluorfen)	80
5.201	异丙草胺(propisochlor)	80
5.202	异丙甲草胺(metolachlor)	80
5.203	异丙威(isoprocab)	80
5.204	异稻瘟净(iprobenfos)	81
5.205	异硫氰酸烯丙酯(allyl isothiocyanate)	81
5.206	抑霉唑(imazalil)	81

5.207	蝇毒磷(coumaphos)	82
5.208	莠灭净(ametryn)	82
5.209	莠去津(atrazine)	83
5.210	右旋胺菊酯(d-tetramethrin)	83
5.211	右旋苯醚菊酯(d-phenothrin)	83
5.212	右旋苯醚氰菊酯(d-cyphenothrin)	83
5.213	右旋苳呋菊酯(d-resmethrin)	83
5.214	右旋反式氯丙炔菊酯	84
5.215	右旋反式烯丙菊酯(d-transallethrin)	84
5.216	右旋烯丙菊酯(d-allethrin)	84
5.217	右旋烯炔菊酯(empenthrin)	84
5.218	诱虫烯(muscalure)	85
5.219	甾烯醇(β -sitosterol)	86
5.220	樟脑(camphor)	86
5.221	治螟磷(sulfotep)	87
5.222	仲丁灵(butralin)	87
5.223	仲丁威(fenobucarb)	87
5.224	唑草酮(carfentrazone-ethyl)	88
	参考文献	89

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

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专利的责任。

本文件由农业农村部种植业管理司提出并归口。

本文件起草单位：农业农村部农药检定所、中国农业大学、北京工业大学、贵州大学、中国矿业大学（北京）、山东大学、沈阳化工研究院有限公司、湖南加法检测有限公司、山东省农药科学研究院、贵州健安德科技有限公司、浙江省农业科学院、贵州省无公害植物保护工程技术研究中心、江苏省产品质量监督检验研究院、浙江省化工产品质量检验站有限公司、钛和中谱检测技术（江苏）有限公司、江苏省农产品质量检验检测中心、北京颖泰嘉和分析技术有限公司、浙江德恒检测科技有限公司、北京乾元铂归科技有限公司、江苏衡谱分析检测技术有限公司、江苏恒生检测有限公司。

本文件主要起草人：陶传江、吴进龙、段丽芳、姜宜飞、石凯威、刘莹、武鹏、黄伟、王鹏、刘丰茂、韩丽君、张芳、赵鹏跃、卢平、吴剑、于彩虹、马素亚、张晓丽、陈静、张嘉月、侯德粉、黄路、张萍、吴培、林波、高杰、黄玉贵、范萍萍、陈银银、俞建忠、赵学平、朱峰、廖国会、顾爱国、孙长恩、朱利利、孙小波、查淑炜、徐锦忠、张倩、吴晗、王坤、李红霞、郭建萍、尚伟、高群、夏承建、胡静楠、贾明宏、李蕊、万宏剑、陈思思。

引 言

本文件为农药产品中有效成分含量测定通用分析方法系列标准之一。

本文件描述了 224 种农药有效成分的毛细管气相色谱通用分析方法,其中:

- a) 143 种农药有效成分是通过开展实验室内方法确认和实验室间协同验证试验,新建的毛细管气相色谱分析方法。
- b) 毒鼠强、甘氟、氟乙酸钠、氟乙酰胺 4 种禁用剧毒杀鼠剂,是采用标准品对文献资料中色谱条件进行验证,从而确定的毛细管气相色谱分析方法。
- c) 65 种农药有效成分是直接引用国家标准和行业标准中的毛细管气相色谱方法,注明引用的国家标准和行业标准号。本文件中引用的国家标准和行业标准均列入规范性引用文件。
- d) 12 种农药有效成分是使用重新起草法修改采用国际农药分析协作委员会(CIPAC)的毛细管气相色谱分析方法。本文件在方法提要中以“注”的形式说明参考的 CIPAC 方法并列入参考文献。

农药产品中有效成分含量测定通用分析方法 气相色谱法

1 范围

本文件描述了 1-甲基环丙烯等 224 种农药有效成分气相色谱通用分析方法。

本文件适用于农药产品中 1-甲基环丙烯等 224 种有效成分含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 9551 百菌清原药
- GB/T 13649 杀螟硫磷原药
- GB/T 19604 毒死蜱原药
- GB 20681 灭线磷原药
- GB 20685 硫丹原药
- GB/T 20691 乙草胺原药
- GB/T 20695 高效氯氟氰菊酯原药
- GB/T 22172 多效唑原药
- GB/T 22173 噁草酮原药
- GB/T 22600 2,4-滴丁酯原药
- GB/T 22602 戊唑醇原药
- GB/T 22606 莠去津原药
- GB/T 22616 精噁唑禾草灵
- GB/T 22619 联苯菊酯原药
- GB 24330—2020 家用卫生杀虫用品安全通用技术条件
- GB/T 24749 丙环唑原药
- GB/T 24754 扑草净原药
- GB/T 24756 噻嗪酮原药
- GB/T 28129 乙羧氟草醚原药
- GB/T 28130 哒螨灵原药
- GB/T 29380 胺菊酯原药
- GB/T 29385 嘧霉胺原药
- GB/T 32341 嘧菌酯原药
- GB/T 34153 右旋烯丙菊酯原药
- GB/T 34158 1.8%辛菌胺乙酸盐水剂
- GB/T 35108 矿物油农药中矿物油的测定方法
- GB/T 35667 异丙甲草胺原药
- GB/T 35672 氯氟吡氧乙酸异辛酯原药
- GB/T 39651 三环唑
- GB/T 39671 咪鲜胺
- HG/T 2206 甲霜灵原药
- HG/T 2213 禾草丹原药

HG/T 2844	甲氰菊酯原药
HG/T 3293	三唑酮原药
HG/T 3304	稻瘟灵原药
HG/T 3625	丙溴磷原药
HG/T 3719	苯噻酰草胺原药
HG/T 3759	啶禾灵原药
HG/T 3765	炔螨特原药
HG/T 3885	异丙草胺·莠去津悬乳剂
HG/T 4466	辛酰溴苯腈原药
HG/T 4468	草除灵原药
HG/T 4575	氯氟醚菊酯原药
HG/T 4925	右旋胺菊酯原药
HG/T 4937	2,4-滴异辛酯原药
HG/T 5124	乙氧氟草醚原药
HG/T 5425	精异丙甲草胺原药
HG/T 5429	氟环唑原药
HG/T 5442	四氟苯菊酯原药
HG/T 5446	苦参碱可溶液剂
NY/T 3572	右旋苯醚菊酯原药
NY/T 3576	丙草胺原药
NY/T 3594	精啶禾灵原药
NY/T 3774	氟硅唑原药
NY/T 3999	腐霉利原药
NY/T 4005	己唑醇原药
NY/T 4007	炔丙菊酯原药
NY/T 4013	噻呋酰胺原药
NY/T 4092	右旋苯醚氰聚酯原药

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 通用要求

警告:使用本文件的人员应有实验室工作的实践经验。本文件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。

4.1 试剂和溶液

本文件所用试剂,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂;内标物应不含有干扰分析的杂质。

4.2 仪器

本文件测定有效成分含量所用分析仪器,在没有注明其他要求时,均指具有氢火焰离子化检测器和分流/不分流进样口的气相色谱仪。

4.3 色谱柱

本文件采用毛细管色谱柱对有效成分进行气相色谱分离。应根据被分离物质的性质选择合适的毛细管色谱柱,内径一般为 0.25 mm、0.32 mm 或 0.53 mm,柱长 5 m~60 m,内壁经涂渍或交联固定液,固定液膜厚 0.1 μm ~5.0 μm ;常用的固定液有甲基聚硅氧烷、不同比例组成的苯基甲基聚硅氧烷、聚乙二醇等。

4.4 载气

应根据被分离物质的性质和检测器类型选择合适的载气,常用载气为氮气、氦气等。

4.5 溶液的制备

本文件除 1-甲基环丙烯、氯化苦外,均采用气相色谱内标法测定农药产品中有效成分含量或混合体含量。本文件在试验方法中对所有农药品种内标法标样溶液制备过程进行了描述,未逐一描述试样溶液制备过程,以“注”的方式说明溶液制备的一些特殊要求;仅对个别农药品种特殊剂型的溶液制备过程进行了描述。

一般剂型内标法试样溶液制备过程:称取适量试样(保证试样溶液和标样溶液浓度一致),置于容量瓶中,用与标样同一支移液管加入相同体积的内标溶液,用适宜溶剂稀释至刻度,并视情况进行超声或过滤处理。

部分剂型的试样溶液制备可采用特殊的方法,例如:

- a) 对于在溶液制备过程中不易分散的液体制剂,宜加入适量 N,N-二甲基甲酰胺使试样分散后,再进行溶液制备;
- b) 颗粒剂、片状制剂、饵剂、蚊香等不均匀固体制剂通常需要研磨后再取样;
- c) 低含量固体制剂,称样量对定容体积有影响的,应采用添加定量溶剂法;
- d) 超低含量液体制剂,称取适量试样后将其浓缩至近干后,再进行溶液制备;
- e) 杀虫气雾剂可按 GB 24330—2020 中 D. 6. 1. 1 对试样进行预处理后再取样;
- f) 使用正相高效液相色谱法对水基试样进行异构体分离和测定时,宜采用适当方法除去试样中的水分,如溶剂萃取或添加干燥剂等。

4.6 测定

4.6.1 色谱条件的优化

本文件中测定农药产品中有效成分含量的操作条件是典型的,给出色谱柱的具体型号只是为了方便本文件的使用,并不表示仅认可该色谱柱,使用者可选择具有同等效果的色谱柱;在实际应用中,色谱柱内径与长度、膜厚、载气及流量、分流比和温度,可根据不同仪器、不同剂型产品特点作适当调整,以期获得最佳效果。

本文件一般采用恒温色谱条件测定农药产品中有效成分含量,实际应用时可根据情况,在目标物和内标物出峰后,采用适当的程序升温,确保干扰物完全流出色谱柱,避免影响后续测定。

4.6.2 色谱系统的平衡与进样

在规定的操作条件下,待仪器稳定后,连续注入数针标样溶液,直至相邻两针目标物与内标物峰面积比(或目标物峰面积)相对变化小于 1.2% 时,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。

4.7 计算

4.7.1 说明

本文件除 1-甲基环丙烯、氯化苦外,均采用内标法测定农药产品中有效成分含量或混合体含量,计算见 4.7.2。当有效成分存在对映异构体时,可先采用内标法测定混合体含量,再通过手性分离测定异构体比例(计算参考 4.7.3),最后用混合体含量乘以异构体比例,计算得到有效成分含量。

4.7.2 内标法

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中目标物与内标物峰面积比分别进行平均。试样中目标物的质量分数按公式(1)计算。

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

式中:

ω_1 ——试样中目标物的质量分数,以百分数(%)表示;

r_2 ——试样溶液中目标物与内标物峰面积比的平均值;

- m_1 ——标样质量的数值,单位为克(g);
- ω ——标样中目标物的质量分数,以百分数(%)表示;
- r_1 ——标样溶液中目标物与内标物峰面积比的平均值;
- m_2 ——试样质量的数值,单位为克(g)。

注 1:如目标物存在异构体,质量分数计算公式应乘以相应异构体比例系数;异构体比例计算参考 4.7.3。

注 1:如标样、试样溶液制备时存在稀释的情况,质量分数计算公式应考虑稀释倍数。

注 2:如标样和试样中目标物存在形式不同时,质量分数计算公式应考虑分子量换算系数。

4.7.3 异构体比例

试样中目标物的比例按公式(2)计算。

$$K = \frac{A_1}{A_1 + A_2} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- K ——试样中目标物的比例;
- A_1 ——试样溶液中目标物峰面积的平均值;
- A_2 ——试样溶液中目标物异构体峰面积的平均值。

注:若目标物具有多个手性中心,计算异构体比例时应加和目标物峰面积和所有异构体峰面积。

5 试验方法

5.1 1-甲基环丙烯(1-methylcyclopropene)

5.1.1 方法提要

试样用水溶解,使用 PoraBOND Q 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,以顺-2-丁烯为标样,对试样中的 1-甲基环丙烯进行气相色谱分离和测定。

注:本方法参照 CIPAC 767/VP/(M)。

5.1.2 试剂和溶液

- 5.1.2.1 水:超纯水或新蒸二次蒸馏水。
- 5.1.2.2 顺-2-丁烯标样:已知质量分数, $\omega \geq 99.0\%$,在气体采样袋中储存。

5.1.3 仪器和设备

- 5.1.3.1 气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器和分流/不分流进样口,使用无石英棉直通型衬管。
- 5.1.3.2 色谱柱:25 m×0.25 mm(内径)PoraBOND Q 毛细管柱,膜厚 3 μm 。
- 5.1.3.3 气密注射器:0.25 mL,带 5 cm 侧孔注射针。
- 5.1.3.4 波士顿圆形瓶:250 mL,具 24 mm-400 螺纹口。
- 5.1.3.5 Mininer 气密阀:具 24 mm-400 螺口盖。
- 5.1.3.6 玻璃或塑料注射器:2 mL,带 22G 或 25G 注射针。
- 5.1.3.7 往复或回旋式振荡器。

5.1.4 操作条件

- 5.1.4.1 温度:柱室 75 $^{\circ}\text{C}$ 保持 1 min,以 5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至 110 $^{\circ}\text{C}$ 保持 0 min;气化室 75 $^{\circ}\text{C}$,检测器室 200 $^{\circ}\text{C}$ 。
- 5.1.4.2 气体流量(mL/min):载气(He)3.0,氢气 45,空气 400。
- 5.1.4.3 分流比:20 : 1。
- 5.1.4.4 进样体积:0.25 mL。
- 5.1.4.5 保留时间(min):1-甲基环丙烯约 6.1,顺-2-丁烯约 6.8。

5.1.5 溶液的制备

称取 0.013 g~0.021 g(精确至 0.000 01 g)试样,置于 250 mL 波士顿圆形瓶中,用 Mininer 气密阀密封瓶子。用注射器量取 2 mL 水,打开阀门注入样品瓶中,然后关闭阀门。用气密注射器从气体采样袋中准确量取 0.25 mL 顺-2-丁烯标样(记录环境温度和大气压力),打开阀门注入样品瓶中,然后关闭阀门。

用手轻摇样品瓶,直至所有试样粉末润湿,然后将样品瓶置于振荡器上,混合 60 min~90 min 后,立即用另一支气密注射器从样品瓶中准确量取 0.25 mL 顶空气体进行测定。

5.1.6 测定

在上述色谱操作条件下,待仪器稳定后,连续注入数针试样,直至相邻两针 1-甲基环丙烯与顺-2-丁烯峰面积比相对变化小于 1.0% 时,重复进样 2 次进行测定。

5.1.7 计算

按公式(3)计算顺-2-丁烯的物质的量,再以此值按公式(4)计算试样中 1-甲基环丙烯的质量分数。

$$n = \frac{p \times V \times P}{R \times T} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

n —— 顺-2-丁烯物质的量的数值,单位为摩尔(mol);

p —— 取样时顺-2-丁烯大气压力的数值,单位为千帕(kPa);

V —— 注入样品瓶中顺-2-丁烯体积的数值,单位为升(L)($V=0.00025$);

P —— 标样中顺-2-丁烯的质量分数,以小数表示;

R —— 通用气体常数,单位为升·千帕每开尔文每摩尔[L·kPa/(K·mol)]($R=8.31447$);

T —— 取样时顺-2-丁烯温度的数值,单位为开尔文(K);

$$\omega_2 = \frac{H_w \times n \times f \times M}{I_q \times w} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中:

ω_2 —— 试样中 1-甲基环丙烯的质量分数,以百分数(%)表示;

H_w —— 试样中 1-甲基环丙烯的峰面积;

f —— 顺-2-丁烯/1-甲基环丙烯的相对响应因子($f=1.034$);

M —— 1-甲基环丙烯摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=54.09$);

I_q —— 试样中顺-2-丁烯的峰面积;

w —— 试样质量的数值,单位为克(g)。

5.2 2,4-滴丁酯(2,4-D butylate)

按 GB/T 22600 中“2,4-滴丁酯质量分数的测定”进行。

5.3 2,4-滴异辛酯(2,4-D-ethylhexyl)

按 HG/T 4937 中“2,4-滴异辛酯质量分数的测定”进行。

5.4 2 甲 4 氯异辛酯(MCPA-isoctyl)

5.4.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以邻苯二甲酸二丁酯为内标物,使用 HP-5 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的 2 甲 4 氯异辛酯进行气相色谱分离,内标法定量。

5.4.2 试剂和溶液

5.4.2.1 丙酮。

5.4.2.2 内标物:邻苯二甲酸二丁酯。

5.4.2.3 内标溶液:称取 5.0 g 邻苯二甲酸二丁酯,置于 500 mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.4.2.4 2 甲 4 氯异辛酯标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.4.3 操作条件

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

5.4.3.2 温度(℃):柱室 200,气化室 250,检测器室 250。

5.4.3.3 气体流量(mL/min):载气(N₂)2.0,氢气 30,空气 300。

5.4.3.4 分流比:10:1。

5.4.3.5 进样体积:1.0 μL 。

5.4.3.6 保留时间(min):邻苯二甲酸二丁酯约 4.7,2 甲 4 氯异辛酯约 7.6。

5.4.4 溶液的制备

称取 0.05 g(精确至 0.000 1 g)2 甲 4 氯异辛酯标样,置于 50 mL 容量瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,用丙酮稀释至刻度,摇匀。

5.5 *d*-柠檬烯(D-limonene)

5.5.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以乙酸丁酯为内标物,使用 β -DEX 120 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的 *d*-柠檬烯进行气相色谱手性分离,内标法定量。

5.5.2 试剂和溶液

5.5.2.1 丙酮。

5.5.2.2 内标物:乙酸丁酯。

5.5.2.3 内标溶液:称取 5.0 g 乙酸丁酯,置于 500 mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.5.2.4 *d*-柠檬烯标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.5.3 操作条件

5.5.3.1 色谱柱:30 m \times 0.25 mm(内径) β -DEX 120 毛细管柱,膜厚 0.25 μm 。

5.5.3.2 温度($^{\circ}\text{C}$):柱室 80,气化室 210,检测器室 230。

5.5.3.3 气体流量(mL/min):载气(N_2)1.0,氢气 30,空气 300。

5.5.3.4 分流比:20:1。

5.5.3.5 进样体积:1.0 μL 。

5.5.3.6 保留时间(min):乙酸丁酯 6.6,*l*-柠檬烯约 21.4,*d*-柠檬烯约 21.9。

5.5.4 溶液的制备

称取 0.025 g(精确至 0.000 01 g)*d*-柠檬烯标样,置于 25 mL 容量瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,用丙酮稀释至刻度,摇匀。

5.6 *Es*-生物烯丙菊酯(esbiothrin)

5.6.1 烯丙菊酯质量分数的测定

5.6.1.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以间三联苯为内标物,使用 DB-FFAP 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的烯丙菊酯进行气相色谱分离,内标法定量。也可按 GB/T 34153 中“烯丙菊酯质量分数的测定”进行。

注:本方法参照 CIPAC 751/TC/M。

5.6.1.2 试剂和溶液

5.6.1.2.1 丙酮。

5.6.1.2.2 内标物:间三联苯。

5.6.1.2.3 内标溶液:称取 6.0 g 间三联苯,置于 500 mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.6.1.2.4 烯丙菊酯标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.6.1.3 操作条件

5.6.1.3.1 色谱柱:30 m \times 0.25 mm(内径)DB-FFAP 毛细管柱,膜厚 0.25 μm 。

5.6.1.3.2 温度($^{\circ}\text{C}$):柱室 240,气化室 250,检测器室 250。

5.6.1.3.3 气体流量(mL/min):载气(He)1.0,氢气 30,空气 300。

5.6.1.3.4 分流比:100:1。

5.6.1.3.5 进样体积:1.0 μL 。

5.6.1.3.6 保留时间(min):烯丙菊酯约 4.5,间三联苯约 10.7。

5.6.1.4 溶液的制备

称取 0.1 g(精确至 0.000 1 g)烯丙菊酯标样,置于 100 mL 容量瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,用丙酮稀释至刻度,摇匀。

5.6.2 *E_s*-生物烯丙菊酯比例的测定

5.6.2.1 方法提要

试样用正己烷溶解,以正己烷+乙醇为流动相,使用以 SUMICHIRAL OA-2000 I 为填料的不锈钢柱和紫外检测器,在波长 230 nm 下对试样中的 *E_s*-生物烯丙菊酯进行正相高效液相色谱手性分离和测定。

注:本方法参照 CIPAC 751/TC/M。

5.6.2.2 试剂和溶液

5.6.2.2.1 正己烷:色谱级。

5.6.2.2.2 乙醇:色谱级。

5.6.2.3 仪器

5.6.2.3.1 高效液相色谱仪:具有可变波长紫外检测器。

5.6.2.3.2 色谱数据处理机或色谱工作站。

5.6.2.3.3 色谱柱:250 mm×4.0 mm(内径)不锈钢柱,内装 SUMICHIRAL OA-2000 I、5 μm 填充物,两根串联。

5.6.2.3.4 过滤器:滤膜孔径约 0.45 μm。

5.6.2.4 操作条件

5.6.2.4.1 流动相:Ψ(正己烷:乙醇)=1000:1。

5.6.2.4.2 流速:1.0 mL/min。

5.6.2.4.3 柱温:室温(温度变化应不大于 2 ℃)。

5.6.2.4.4 检测波长:230 nm。

5.6.2.4.5 进样体积:2 μL。

5.6.2.4.6 保留时间(min):烯丙菊酯 *cis* 体约 43.4,烯丙菊酯(1*R-trans*,*S*)体约 47.1,烯丙菊酯(1*S-trans*,*R*)体约 49.2,烯丙菊酯(1*R-trans*,*R*)体约 51.6,烯丙菊酯(1*S-trans*,*S*)体约 54.1。

注:计算 *E_s*-生物烯丙菊酯比例时,目标物峰面积为保留时间 47.1 min、51.6 min 两个峰面积之和。

5.6.2.5 溶液的制备

称取含 0.025 g(精确至 0.000 1 g)*E_s*-生物烯丙菊酯的试样,置于 100 mL 容量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

5.7 *S*-氰戊菊酯(esfenvalerate)

5.7.1 氰戊菊酯质量分数的测定

5.7.1.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以邻苯二甲酸二辛酯为内标物,使用 DB-1 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的氰戊菊酯进行气相色谱分离,内标法定量。也可按 5.137 进行测定。

注:本方法参照 CIPAC 481/TC/(M)。

5.7.1.2 试剂和溶液

5.7.1.2.1 丙酮。

5.7.1.2.2 内标物:邻苯二甲酸二辛酯。

5.7.1.2.3 内标溶液:称取 5.0 g 邻苯二甲酸二辛酯,置于 500 mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.7.1.2.4 氰戊菊酯标样:已知质量分数,ω≥98.0%。

5.7.1.3 操作条件

5.7.1.3.1 色谱柱:30 m×0.25 mm(内径)DB-1 毛细管柱,膜厚 0.25 μm。

5.7.1.3.2 温度(°C):柱室 265,气化室 290,检测器室 290。

5.7.1.3.3 气体流量(mL/min):载气(He)1.0,氢气 30,空气 300。

5.7.1.3.4 分流比:100:1。

5.7.1.3.5 进样体积:1.0 μ L。

5.7.1.3.6 保留时间(min):邻苯二甲酸二辛酯约 8.0,氰戊菊酯非对映体 A(SR+RS)约 11.8,氰戊菊酯非对映体 B(SS+RR)约 12.5。

注:计算氰戊菊酯含量时,目标物峰面积为非对映体 A、非对映体 B 两个峰面积之和。

5.7.1.4 溶液的制备

称取 0.1 g(精确至 0.000 1 g)氰戊菊酯标样,置于 100 mL 容量瓶中,用移液管加入 10 mL 内标溶液,用丙酮稀释至刻度,摇匀。

5.7.2 S-氰戊菊酯比例的测定

5.7.2.1 方法提要

试样用正己烷溶解,以正己烷+乙醇为流动相,使用以 SUMICHIRAL OA-2000 为填料的不锈钢柱和紫外检测器,在波长 278 nm 下对试样中的 S-氰戊菊酯进行正相高效液相色谱手性分离和测定。

注:本方法参照 CIPAC 481/TC/(M)。

5.7.2.2 试剂和溶液

5.7.2.2.1 正己烷:色谱级。

5.7.2.2.2 异丙醇:色谱级。

5.7.2.2.3 稀释溶剂: Ψ (正己烷:异丙醇)=975:25。

5.7.2.3 仪器

5.7.2.3.1 高效液相色谱仪:具有可变波长紫外检测器。

5.7.2.3.2 色谱数据处理机或色谱工作站。

5.7.2.3.3 色谱柱:250 mm \times 4.0 mm(内径)不锈钢柱,内装 SUMICHIRAL OA-2000、5 μ m 填充物。

5.7.2.3.4 过滤器:滤膜孔径约 0.45 μ m。

5.7.2.4 操作条件

5.7.2.4.1 流动相: Ψ (正己烷:异丙醇)=1000:2。

5.7.2.4.2 流速:1.0 mL/min。

5.7.2.4.3 柱温:室温(温度变化应不大于 2 °C)。

5.7.2.4.4 检测波长:278 nm。

5.7.2.4.5 进样体积:10 μ L。

5.7.2.4.6 保留时间(min):R,S-异构体约 23.6,S,R-异构体约 25.1,S,S-异构体(S-氰戊菊酯)约 27.3,R,R-异构体约 30.5。

5.7.2.5 溶液的制备

称取含 0.01 g(精确至 0.000 1 g)S-氰戊菊酯的试样,置于 50 mL 容量瓶中,用稀释溶剂稀释至刻度,摇匀。

5.8 S-生物烯丙菊酯(S-bioallethrin)

5.8.1 烯丙菊酯质量分数的测定

5.8.1.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以间三联苯为内标物,使用 DB-FFAP 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的烯丙菊酯进行气相色谱分离,内标法定量。也可按 GB/T 34153 中“烯丙菊酯质量分数的测定”进行。

注:本方法参照 CIPAC 750/TC/M。

5.8.1.2 试剂和溶液

- 5.8.1.2.1 丙酮。
- 5.8.1.2.2 内标物:间三联苯。
- 5.8.1.2.3 内标溶液:称取 6.0 g 间三联苯,置于 500 mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。
- 5.8.1.2.4 烯丙菊酯标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.8.1.3 操作条件

- 5.8.1.3.1 色谱柱:30 m×0.25 mm(内径)DB-FFAP 毛细管柱,膜厚 0.25 μm 。
- 5.8.1.3.2 温度($^{\circ}\text{C}$):柱室 240,气化室 250,检测器室 250。
- 5.8.1.3.3 气体流量(mL/min):载气(He)1.0,氢气 30,空气 300。
- 5.8.1.3.4 分流比:100:1。
- 5.8.1.3.5 进样体积:1.0 μL 。
- 5.8.1.3.6 保留时间(min):烯丙菊酯约 4.5,间三联苯 10.7。

5.8.1.4 溶液的制备

称取 0.1 g(精确至 0.000 1 g)烯丙菊酯标样,置于 100 mL 容量瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,用丙酮稀释至刻度,摇匀。

5.8.2 S-生物烯丙菊酯比例的测定

5.8.2.1 方法提要

试样用正己烷溶解,以正己烷+乙醇为流动相,使用以 SUMICHIRAL OA-2000 I 为填料的不锈钢柱和紫外检测器,在波长 230 nm 下对试样中的 S-生物烯丙菊酯进行正相高效液相色谱手性分离和测定。

注:本方法参照 CIPAC 750/TC/M。

5.8.2.2 试剂和溶液

- 5.8.2.2.1 正己烷:色谱级。
- 5.8.2.2.2 乙醇:色谱级。

5.8.2.3 操作条件

- 5.8.2.3.1 流动相: Ψ (正己烷:乙醇)=1 000:1。
- 5.8.2.3.2 色谱柱:250 mm×4.0 mm(内径)不锈钢柱,内装 SUMICHIRAL OA-2000 I、5 μm 填充物,两根串联。
- 5.8.2.3.3 流速:1.0 mL/min。
- 5.8.2.3.4 柱温:室温(温度变化应不大于 2 $^{\circ}\text{C}$)。
- 5.8.2.3.5 检测波长:230 nm。
- 5.8.2.3.6 进样体积:2 μL 。
- 5.8.2.3.7 保留时间(min):烯丙菊酯 *cis* 体约 43.4,烯丙菊酯(1*R-trans*,S)体约 47.1,烯丙菊酯(1*S-trans*,R)体约 49.2,烯丙菊酯(1*R-trans*,R)体约 51.6,烯丙菊酯(1*S-trans*,S)体约 54.1。

注:计算 S-生物烯丙菊酯比例时,目标物峰面积为保留时间 47.1 min 的峰面积。

5.8.2.4 溶液的制备

称取含 0.025 g(精确至 0.000 1 g)S-生物烯丙菊酯的试样,置于 100 mL 容量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

5.9 S-烯虫酯(S-methoprene)

5.9.1 烯虫酯质量分数的测定

5.9.1.1 方法提要

试样用乙酸乙酯溶解,以癸二酸二丁酯为内标物,使用 HP-5 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的烯虫酯进行气相色谱分离,内标法定量。

5.9.1.2 试剂和溶液

5.9.1.2.1 乙酸乙酯。

5.9.1.2.2 内标物:癸二酸二丁酯。

5.9.1.2.3 内标溶液:称取 2.5 g 癸二酸二丁酯,置于 500 mL 容量瓶中,用乙酸乙酯溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.9.1.2.4 S-烯虫酯标样:已知烯虫酯质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.9.1.3 操作条件

5.9.1.3.1 色谱柱:30 m \times 0.32 mm(内径)HP-5 毛细管柱,膜厚 0.25 μ m。

5.9.1.3.2 温度($^{\circ}$ C):柱室 240,气化室 270,检测器室 270。

5.9.1.3.3 气体流量(mL/min):载气(N_2)1.2,氢气 30,空气 300。

5.9.1.3.4 分流比:20:1。

5.9.1.3.5 进样体积:1.0 μ L。

5.9.1.3.6 保留时间(min):烯虫酯约 3.9,癸二酸二丁酯约 4.4。

5.9.1.4 溶液的制备

称取 0.025 g(精确至 0.000 01 g)S-烯虫酯标样,置于 50 mL 容量瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,用乙酸乙酯稀释至刻度,摇匀。

注:制备微囊悬浮剂试样溶液时,在(45 \pm 2) $^{\circ}$ C 条件下超声波振荡 45 min。

5.9.2 S-烯虫酯比例的测定

5.9.2.1 方法提要

试样用正己烷溶解,以正己烷+异丙醇为流动相,使用以 CHIRALPAK AD-H 为填料的不锈钢柱和紫外检测器,在波长 270 nm 下对试样中的 S-烯虫酯进行正相高效液相色谱手性分离和测定。

5.9.2.2 试剂和溶液

5.9.2.2.1 正己烷:色谱级。

5.9.2.2.2 异丙醇:色谱级。

5.9.2.3 操作条件

5.9.2.3.1 流动相: Ψ (正己烷:异丙醇)=99.5:0.5。

5.9.2.3.2 色谱柱:250 mm \times 4.6 mm(内径)不锈钢柱,内装 CHIRALPAK AD-H、5 μ m 填充物。

5.9.2.3.3 流速:1.0 mL/min。

5.9.2.3.4 柱温:室温(温度变化应不大于 2 $^{\circ}$ C)。

5.9.2.3.5 检测波长:270 nm。

5.9.2.3.6 进样体积:10 μ L。

5.9.2.3.7 保留时间(min):S-烯虫酯约 6.9,R-烯虫酯约 7.5。

5.9.2.4 溶液的制备

称取含 0.01 g(精确至 0.000 1 g)S-烯虫酯的试样,置于 50 mL 容量瓶中,用正己烷稀释至刻度,摇匀。

5.10 α -氯代醇(3-chloropropan-1,2-diol)

5.10.1 方法提要

试样用甲醇溶解,以苯甲酸甲酯为内标物,使用 DB-17 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的 α -氯代醇进行气相色谱分离,内标法定量。

5.10.2 试剂和溶液

5.10.2.1 甲醇。

5.10.2.2 丙酮。

5.10.2.3 内标物:苯甲酸甲酯。

5.10.2.4 内标溶液:称取 0.5 g 苯甲酸甲酯,置于 500 mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.10.2.5 α -氯代醇标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.10.3 操作条件

5.10.3.1 色谱柱:30 m \times 0.32 mm(内径)DB-17 毛细管柱,膜厚 0.25 μ m。

5.10.3.2 温度($^{\circ}$ C):柱室 105,气化室 260,检测器室 280。

5.10.3.3 气体流量(mL/min):载气(N_2)1.0,氢气 40,空气 300。

5.10.3.4 分流比:10:1。

5.10.3.5 进样体积:1.0 μ L。

5.10.3.6 保留时间(min): α -氯代醇约 3.0,苯甲酸甲酯约 5.0。

5.10.4 溶液的制备

称取 0.05 g(精确至 0.000 1 g) α -氯代醇标样,置于 50 mL 容量瓶中,用移液管加入 20 mL 内标溶液,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

注 1:通过试验表明,纯甲醇体系分析时色谱峰形较差,加入适量丙酮有助于改善峰形、保护色谱柱,因此配制内标溶液时以丙酮为溶剂。

注 2:制备 α -氯代醇试剂试样溶液时,将试样研磨成粉末,以具塞锥形瓶为容器,超声波振荡 2 h。

5.11 桉油精(eucalyptol)

5.11.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以氯苯为内标物,使用 DB-17 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的桉油精进行气相色谱分离,内标法定量。

5.11.2 试剂和溶液

5.11.2.1 丙酮。

5.11.2.2 内标物:氯苯。

5.11.2.3 内标溶液:称取 4.0 g 氯苯,置于 500 mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.11.2.4 桉油精标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.11.3 操作条件

5.11.3.1 色谱柱:30 m \times 0.25 mm(内径)DB-17 毛细管柱,膜厚 0.25 μ m。

5.11.3.2 温度($^{\circ}$ C):柱室 80,气化室 250,检测器室 260。

5.11.3.3 气体流量(mL/min):载气(N_2)1.0,氢气 30,空气 300。

5.11.3.4 分流比:10:1。

5.11.3.5 进样体积:1.0 μ L。

5.11.3.6 保留时间(min):氯苯约 4.9,桉油精约 9.6。

5.11.4 溶液的制备

5.11.4.1 标样溶液的制备

称取 0.04 g(精确至 0.000 01 g)桉油精标样,置于 50 mL 容量瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,用丙酮稀释至刻度,摇匀。

5.11.4.2 挥散芯试样溶液的制备

称取 1 片包装完好的桉油精挥散芯试样 m_1 (精确至 0.000 1 g),打开包装迅速取出挥散芯,置于 50 mL 具塞锥形瓶中,加入 30 mL 丙酮,超声波振荡 10 min,冷却至室温。将提取液转移至 50 mL 容量瓶中,用 5 mL 丙酮洗涤锥形瓶 2 次,将洗液置于容量瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,用丙酮稀释至刻度,摇匀。

称量挥散芯包装袋质量 m_0 (精确至 0.000 1 g),用减量法计算挥散芯质量 $m(m = m_1 - m_0)$ 。

注:本方法适用于片状挥散芯试样。制备桉油精挥散芯试样溶液时,因该产品具有强烈的挥发性,所以采用减量法称样。

5.12 氟乐灵(prodiamine)

5.12.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以邻苯二甲酸二烯丙酯为内标物,使用 DB-5 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的氨氟乐灵进行气相色谱分离,内标法定量。

5.12.2 试剂和溶液

5.12.2.1 丙酮。

5.12.2.2 内标物:邻苯二甲酸二烯丙酯。

5.12.2.3 内标溶液:称取 4.0 g 邻苯二甲酸二烯丙酯,置于 500 mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.12.2.4 氨氟乐灵标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.12.3 操作条件

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

5.12.3.2 温度($^{\circ}\text{C}$):柱室 190,气化室 250,检测器室 280。

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

5.12.3.4 分流比:20:1。

5.12.3.5 进样体积:1.0 μL 。

5.12.3.6 保留时间(min):邻苯二甲酸二烯丙酯约 3.5,氨氟乐灵约 6.0。

5.12.4 溶液的制备

称取 0.05 g(精确至 0.000 1 g)氨氟乐灵标样,置于 50 mL 容量瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,用丙酮稀释至刻度,摇匀。

5.13 胺菊酯(tetramethrin)

按 GB/T 29380 中“胺菊酯质量分数的测定”进行。

5.14 胺鲜酯柠檬酸盐(diethyl aminoethyl hexanoate-citrate)

5.14.1 胺鲜酯质量分数的测定

5.14.1.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以邻苯二甲酸二乙酯为内标物,使用 HP-5 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的胺鲜酯进行气相色谱分离,内标法定量。

5.14.1.2 试剂和溶液

5.14.1.2.1 丙酮。

5.14.1.2.2 内标物:邻苯二甲酸二乙酯。

5.14.1.2.3 内标溶液:称取 5.0 g 邻苯二甲酸二乙酯,置于 500 mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.14.1.2.4 胺鲜酯标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.14.1.3 操作条件

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

5.14.1.3.2 温度:柱室 160 $^{\circ}\text{C}$ 保持 2 min,以 30 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至 280 $^{\circ}\text{C}$ 保持 5 min;气化室 285 $^{\circ}\text{C}$,检测器室 300 $^{\circ}\text{C}$ 。

5.14.1.3.3 气体流量(mL/min):载气(N_2)2.0,氢气 30,空气 400。

5.14.1.3.4 分流比:20:1。

5.14.1.3.5 进样体积:1.0 μL 。

5.14.1.3.6 保留时间(min):胺鲜酯约 4.8,邻苯二甲酸二乙酯约 6.2。

5.14.1.4 溶液的制备

称取 0.05 g(精确至 0.000 1 g)胺鲜酯标样,置于 25 mL 容量瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,用

丙酮稀释至刻度,摇匀。

5.14.2 柠檬酸质量分数的测定

5.14.2.1 方法提要

试样用水溶解,以甲醇+磷酸二氢钾缓冲液为流动相,使用以 BP-C₁₈ 为填料的不锈钢柱和紫外检测器,在波长 210 nm 下对试样中的柠檬酸进行反相高效液相色谱分离,外标法定量。

5.14.2.2 试剂和溶液

5.14.2.2.1 甲醇:色谱级

5.14.2.2.2 水:超纯水或新蒸二次蒸馏水。

5.14.2.2.3 磷酸二氢钾:色谱级。

5.14.2.2.4 磷酸:色谱级。

5.14.2.2.5 磷酸二氢钾缓冲液:称取 2.47 g(精确至 0.001 g)磷酸二氢钾,溶于 1 000 mL 水中,用磷酸调 pH 至 2.2,混合均匀。

5.14.2.2.6 柠檬酸一水合物标样:已知柠檬酸一水合物质量分数,ω≥98.0%。

5.14.2.3 操作条件

5.14.2.3.1 流动相:梯度洗脱条件见表 1。

表 1 柠檬酸梯度洗脱条件

时间/min	甲醇 %(V/V)	磷酸二氢钾缓冲液 %(V/V)
0.0	96	4
5.0	96	4
5.1	20	80
9.0	20	80
9.1	96	4
13.0	96	4

5.14.2.3.2 色谱柱:250 mm×4.6 mm(内径)不锈钢柱,内装 BP-C₁₈、5 μm 填充物。

5.14.2.3.3 流速:1.0 mL/min。

5.14.2.3.4 柱温:室温(温度变化应不大于 2 ℃)。

5.14.2.3.5 检测波长:210 nm。

5.14.2.3.6 进样体积:20 μL。

5.14.2.3.7 保留时间:柠檬酸约 6.1 min。

5.14.2.4 溶液的制备

5.14.2.4.1 标样溶液的制备

称取 0.1 g(精确至 0.000 1 g)柠檬酸一水合物标样,置于 50 mL 容量瓶中,加入 40 mL 水,超声振荡 5 min,冷却至室温,用水稀释至刻度,摇匀。

5.14.2.4.2 试样溶液的制备

称取含 0.1 g(精确至 0.000 1 g)柠檬酸的试样,置于 50 mL 容量瓶中,加入 40 mL 水,超声振荡 5 min,冷却至室温,用水稀释至刻度,摇匀,过滤。

5.14.2.5 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柠檬酸峰面积分别进行平均。试样中柠檬酸的质量分数按公式(5)计算。

$$\omega_3 = \frac{A_4 \times m_3 \times \omega}{A_3 \times m_4} \times \frac{192.12}{210.13} \dots\dots\dots (5)$$

式中:

ω₃ —— 试样中柠檬酸的质量分数,以百分数(%)表示;

- A_4 —— 试样溶液中柠檬酸峰面积的平均值；
- m_3 —— 标样质量(的数值),单位为克(g)；
- ω —— 标样中柠檬酸一水合物的质量分数,以百分数(%)表示；
- A_3 —— 标样溶液中柠檬酸峰面积的平均值；
- m_4 —— 试样质量的数值,单位为克(g)；
- 192.12 —— 柠檬酸的相对分子质量；
- 210.13 —— 柠檬酸一水合物的相对分子质量。

5.15 百菌清(chlorothalonil)

按 GB/T 9551 中“百菌清质量分数的测定”进行。

5.16 拌种灵(amicarthiazol)

5.16.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以邻苯二甲酸二烯丙酯为内标物,使用 DB-5 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的拌种灵进行气相色谱分离,内标法定量。

5.16.2 试剂和溶液

5.16.2.1 丙酮。

5.16.2.2 内标物:邻苯二甲酸二烯丙酯。

5.16.2.3 内标溶液:称取 0.8 g 邻苯二甲酸二烯丙酯,置于 500 mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.16.2.4 拌种灵标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.16.3 操作条件

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

5.16.3.2 温度:柱室 150 $^{\circ}\text{C}$ 保持 4 min,以 40 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至 260 $^{\circ}\text{C}$ 保持 12 min;气化室 250 $^{\circ}\text{C}$,检测器室 280 $^{\circ}\text{C}$ 。

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

5.16.3.4 分流比:20:1。

5.16.3.5 进样体积:1.0 μL 。

5.16.3.6 保留时间(min):邻苯二甲酸二烯丙酯约 6.1,拌种灵约 9.0。

5.16.4 溶液的制备

称取 0.01 g(精确至 0.000 01 g)拌种灵标样,置于 25 mL 容量瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,用丙酮稀释至刻度,摇匀。

5.17 倍硫磷(fenthion)

5.17.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯为内标物,使用 SE-54 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的倍硫磷进行气相色谱分离,内标法定量。

注:本方法参照 CIPAC 79/TC/M2。

5.17.2 试剂和溶液

5.17.2.1 丙酮。

5.17.2.2 内标物:邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯。

5.17.2.3 内标溶液:称取 5.0 g 邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯,置于 500 mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.17.2.4 倍硫磷标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.17.3 操作条件

5.17.3.1 色谱柱:25 m×0.32 mm(内径)SE-54 毛细管柱,膜厚 0.17 μm 。

- 5.17.3.2 温度(°C):柱室 230,气化室 240,检测器室 300。
- 5.17.3.3 气体流量(mL/min):载气(N₂)2.5,氢气 30,空气 400。
- 5.17.3.4 分流比:75:1。
- 5.17.3.5 进样体积:1.0 μL。
- 5.17.3.6 保留时间(min):倍硫磷约 1.2,邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯约 6.2。

5.17.4 溶液的制备

称取 0.05 g(精确至 0.000 1 g)倍硫磷标样,置于 50 mL 容量瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,用丙酮稀释至刻度,摇匀。

5.18 苯噻酰草胺(mefenacet)

按 HG/T 3719 中“苯噻酰草胺质量分数的测定”进行。

5.19 苯酰菌胺(zoxamide)

5.19.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以邻苯二甲酸二辛酯为内标物,使用 HP-5 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的苯酰菌胺进行气相色谱分离,内标法定量。

5.19.2 试剂和溶液

5.19.2.1 丙酮。

5.19.2.2 内标物:邻苯二甲酸二辛酯。

5.19.2.3 内标溶液:称取 2.5 g 邻苯二甲酸二辛酯,置于 500 mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.19.2.4 苯酰菌胺标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.19.3 操作条件

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

5.19.3.2 温度(°C):柱室 260,气化室 280,检测器室 280。

5.19.3.3 气体流量(mL/min):载气(N₂)2.0,氢气 30,空气 300。

5.19.3.4 分流比:20:1。

5.19.3.5 进样体积:1.0 μL。

5.19.3.6 保留时间(min):苯酰菌胺约 4.7,邻苯二甲酸二辛酯约 5.9。

5.19.4 溶液的制备

称取 0.05 g(精确至 0.000 1 g)苯酰菌胺标样,置于 50 mL 容量瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,用丙酮稀释至刻度,摇匀。

5.20 苯线磷(fenamiphos)

5.20.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以邻苯二甲酸二丁酯为内标物,使用 HP-5 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的苯线磷进行气相色谱分离,内标法定量。

5.20.2 试剂和溶液

5.20.2.1 丙酮。

5.20.2.2 内标物:邻苯二甲酸二丁酯。

5.20.2.3 内标溶液:称取 0.8 g 邻苯二甲酸二丁酯,置于 500 mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.20.2.4 苯线磷标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.20.3 操作条件

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

- 5.20.3.2 温度(°C):柱室 200,气化室 250,检测器室 280。
- 5.20.3.3 气体流量(mL/min):载气(N₂)2.0,氢气 30,空气 300。
- 5.20.3.4 分流比:20:1。
- 5.20.3.5 进样体积:1.0 μL。
- 5.20.3.6 保留时间(min):邻苯二甲酸二丁酯约 4.5,苯线磷约 7.8。

5.20.4 溶液的制备

称取 0.02 g(精确至 0.000 01 g)苯线磷标样,置于 50 mL 容量瓶中,用移液管加入 10 mL 内标溶液,用丙酮稀释至刻度,摇匀。

5.21 苯氧威(fenoxycarb)

5.21.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以磷酸三苯酯为内标物,使用 HP-5 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的苯氧威进行气相色谱分离,内标法定量。

5.21.2 试剂和溶液

- 5.21.2.1 丙酮。
- 5.21.2.2 内标物:磷酸三苯酯。
- 5.21.2.3 内标溶液:称取 4.0 g 磷酸三苯酯,置于 500 mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。
- 5.21.2.4 苯氧威标样:已知质量分数,ω≥98.0%。

5.21.3 操作条件

- 5.21.3.1 色谱柱:30 m×0.32 mm(内径)HP-5 毛细管柱,膜厚 0.25 μm。
- 5.21.3.2 温度(°C):柱室 230,气化室 250,检测器室 280。
- 5.21.3.3 气体流量(mL/min):载气(N₂)2.0,氢气 30,空气 300。
- 5.21.3.4 分流比:20:1。
- 5.21.3.5 进样体积:1.0 μL。
- 5.21.3.6 保留时间(min):磷酸三苯酯约 5.9,苯氧威约 6.9。

5.21.4 溶液的制备

称取 0.05 g(精确至 0.000 1 g)苯氧威标样,置于 50 mL 容量瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,用丙酮稀释至刻度,摇匀。

5.22 吡草醚(pyraflufen-ethyl)

5.22.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以邻苯二甲酸二戊酯为内标物,使用 HP-5 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的吡草醚进行气相色谱分离,内标法定量。

5.22.2 试剂和溶液

- 5.22.2.1 丙酮。
- 5.22.2.2 内标物:邻苯二甲酸二戊酯。
- 5.22.2.3 内标溶液:称取 0.5 g 邻苯二甲酸二戊酯,置于 500 mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。
- 5.22.2.4 吡草醚标样:已知质量分数,ω≥98.0%。

5.22.3 操作条件

- 5.22.3.1 色谱柱:30 m×0.32 mm(内径)HP-5 毛细管柱,膜厚 0.25 μm。
- 5.22.3.2 温度(°C):柱室 230,气化室 250,检测器室 280。
- 5.22.3.3 气体流量(mL/min):载气(N₂)2.0,氢气 30,空气 300。
- 5.22.3.4 分流比:20:1。

5.22.3.5 进样体积:1.0 μL 。

5.22.3.6 保留时间(min):邻苯二甲酸二戊酯约 3.6,吡草醚约 5.7。

5.22.4 溶液的制备

称取 0.01 g(精确至 0.000 01 g)吡草醚标样,置于 25 mL 容量瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,用丙酮稀释至刻度,摇匀。

5.23 吡啶萘菌胺(isopyrazam)

5.23.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以邻苯二甲酸二辛酯为内标物,使用 HP-5 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的吡啶萘菌胺进行气相色谱分离,内标法定量。

5.23.2 试剂和溶液

5.23.2.1 丙酮。

5.23.2.2 内标物:邻苯二甲酸二辛酯。

5.23.2.3 内标溶液:称取 4.0 g 邻苯二甲酸二辛酯,置于 500 mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.23.2.4 吡啶萘菌胺标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.23.3 操作条件

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

5.23.3.2 温度($^{\circ}\text{C}$):柱室 250,气化室 280,检测器室 280。

5.23.3.3 气体流量(mL/min):载气(N_2)1.5,氢气 30,空气 300。

5.23.3.4 分流比:20:1。

5.23.3.5 进样体积:1.0 μL 。

5.23.3.6 保留时间(min):邻苯二甲酸二辛酯约 4.5,吡啶萘菌胺顺式体约 5.8,吡啶萘菌胺反式体约 7.2。

注:计算吡啶萘菌胺质量分数时,目标物峰面积为顺式体、反式体两个峰面积之和。

5.23.4 溶液的制备

称取 0.05 g(精确至 0.000 1 g)吡啶萘菌胺标样,置于 50 mL 容量瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,用丙酮稀释至刻度,摇匀。

5.24 避蚊胺(diethyltoluamide)

5.24.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以邻苯二甲酸二烯丙酯为内标物,使用 DB-5 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的避蚊胺进行气相色谱分离,内标法定量。

5.24.2 试剂和溶液

5.24.2.1 丙酮。

5.24.2.2 内标物:邻苯二甲酸二烯丙酯。

5.24.2.3 内标溶液:称取 0.6 g 邻苯二甲酸二烯丙酯,置于 500 mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.24.2.4 避蚊胺标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.24.3 操作条件

5.24.3.1 色谱柱:30 m \times 0.32 mm(内径)DB-5 毛细管柱,膜厚 0.25 μm 。

5.24.3.2 温度($^{\circ}\text{C}$):柱室 160,气化室 230,检测器室 240。

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

5.24.3.4 分流比:20:1。

5.24.3.5 进样体积:1.0 μL 。

5.24.3.6 保留时间(min):避蚊胺约 2.4,邻苯二甲酸二烯丙酯约 4.2。

5.24.4 溶液的制备

称取 0.01 g(精确至 0.000 01 g)避蚊胺标样,置于 50 mL 容量瓶中,用移液管加入 10 mL 内标溶液,用丙酮稀释至刻度,摇匀。

5.25 丙草胺(pretilachlor)

按 NY/T 3576 中“丙草胺质量分数的测定”进行。

5.26 丙环唑(propiconazol)

按 GB/T 24749 中“丙环唑质量分数的测定”进行。

5.27 丙炔噁草酮(oxadiargyl)

5.27.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以邻苯二甲酸二丁酯为内标物,使用 HP-5 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的丙炔噁草酮进行气相色谱分离,内标法定量。

5.27.2 试剂和溶液

5.27.2.1 丙酮。

5.27.2.2 内标物:邻苯二甲酸二丁酯。

5.27.2.3 内标溶液:称取 2.5 g 邻苯二甲酸二丁酯,置于 500 mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.27.2.4 丙炔噁草酮标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.27.3 操作条件

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

5.27.3.2 温度($^{\circ}\text{C}$):柱室 220,气化室 250,检测器室 270。

5.27.3.3 气体流量(mL/min):载气(N_2)1.5,氢气 30,空气 300。

5.27.3.4 分流比:50:1。

5.27.3.5 进样体积:1.0 μL 。

5.27.3.6 保留时间(min):邻苯二甲酸二丁酯约 2.6,丙炔噁草酮约 5.3。

5.27.4 溶液的制备

称取 0.05 g(精确至 0.000 1 g)丙炔噁草酮标样,置于 25 mL 容量瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,用丙酮稀释至刻度,摇匀。

5.28 丙酰芸苔素内酯

5.28.1 方法提要

试样用乙酸乙酯萃取浓缩后,用三氯甲烷溶解,以 HBD 为内标物,使用 TG-5HT 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的丙酰芸苔素内酯进行气相色谱分离,内标法定量。

5.28.2 试剂和溶液

5.28.2.1 乙酸乙酯。

5.28.2.2 三氯甲烷。

5.28.2.3 内标物:2 α ,3 α -二丁基酰氧基-22,23-环氧-24S-乙基 1- β -高-7-噁-5 α -胆甾烷-6-酮(简称 HBD)。

5.28.2.4 内标溶液:称取 0.5 g HBD,置于 500 mL 容量瓶中,用三氯甲烷溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.28.2.5 丙酰芸苔素内酯标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.28.3 操作条件

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

5.28.3.2 温度:柱室 300 $^{\circ}\text{C}$ 保持 5 min,以 30 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至 330 $^{\circ}\text{C}$ 保持 7 min;气化室 340 $^{\circ}\text{C}$,检测器室 340 $^{\circ}\text{C}$ 。

5.28.3.3 气体流量(mL/min):载气(N₂)1.5,氢气 30,空气 300。

5.28.3.4 分流比:10:1。

5.28.3.5 进样体积:1.0 μL。

5.28.3.6 保留时间(min):丙酰芸苔素内酯约 7.7, HBD 约 8.7。

5.28.4 溶液的制备

5.28.4.1 标样溶液的制备

称取 0.05 g(精确至 0.000 1 g)丙酰芸苔素内酯标样,置于 100 mL 容量瓶中,用乙酸乙酯溶解并稀释至刻度,摇匀。用移液管移取 10 mL 上述溶液,置于 50 mL 圆底烧瓶中,浓缩至近干,用移液管加入 5 mL 内标溶液,摇匀。

5.28.4.2 水剂试样溶液的制备

称取含 0.000 5 g(精确至 0.000 1 g)丙酰芸苔素内酯的试样,置于 500 mL 分液漏斗中,加入 100 mL 乙酸乙酯萃取。将上层溶液转移至 500 mL 圆底烧瓶中,浓缩至近干,用移液管加入 5 mL 内标溶液,摇匀。

5.29 丙溴磷(profenofos)

按 HG/T 3625 中“丙溴磷质量分数的测定”进行。

5.30 草除灵(benazolin-ethyl)

按 HG/T 4468 中“草除灵质量分数的测定”进行。

5.31 除虫菊素(pyrethrins)

5.31.1 方法提要

试样用异丙醇溶解,以正十八烷为内标物,使用 DB-1 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的除虫菊素(含除虫菊素 I、除虫菊素 II、瓜叶菊素 I、瓜叶菊素 II、茛菊素 I、茛菊素 II 6 个组分)进行气相色谱分离,内标法定量。

注 1:本方法参照 CIPAC 32+33+345/TK/(M)。

注 2:除虫菊素是由除虫菊素 I、除虫菊素 II、瓜叶菊素 I、瓜叶菊素 II、茛菊素 I、茛菊素 II 6 个成分组成的混合物,除虫菊素含量为 6 个组分之和。

5.31.2 试剂和溶液

5.31.2.1 异丙醇。

5.31.2.2 内标物:正十八烷。

5.31.2.3 内标溶液:称取 0.3 g 正十八烷,置于 500 mL 容量瓶中,用异丙醇溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.31.2.4 除虫菊素标样:已知总质量分数(含除虫菊素 I、除虫菊素 II、瓜叶菊素 I、瓜叶菊素 II、茛菊素 I、茛菊素 II 6 个组分), $\omega \geq 20.0\%$ 。

5.31.3 操作条件

5.31.3.1 色谱柱:30 m×0.32 mm(内径)DB-1 毛细管柱,膜厚 0.25 μm。

5.31.3.2 温度:柱室 180 °C 保持 11 min,以 10 °C/min 升温至 200 °C 保持 8 min,以 10 °C/min 升温至 210 °C 保持 18 min,以 30 °C/min 升温至 245 °C 保持 4 min;气化室 250 °C,检测器室 300 °C。

5.31.3.3 气体流量(mL/min):载气(He)1.6,氢气 40,空气 400。

5.31.3.4 分流比:20:1。

5.31.3.5 进样体积:1.0 μL。

5.31.3.6 保留时间(min):正十八烷约 5.9,瓜叶菊素 I 约 16.2,茛菊素 I 约 19.1,除虫菊素 I 约 20.1,瓜叶菊素 II 约 30.1,茛菊素 II 约 35.3,除虫菊素 II 约 37.1。

注:计算除虫菊素质量分数时,目标物峰面积为除虫菊素 I、除虫菊素 II、瓜叶菊素 I、瓜叶菊素 II、茛菊素 I、茛菊素 II 6 个组分峰面积之和。

5.31.4 溶液的制备

称取含 0.05 g (精确至 0.000 1 g) 除虫菊素的标样,置于 100 mL 容量瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,用异丙醇稀释至刻度,摇匀。

5.32 吡蚜灵(pyridaben)

按 GB/T 28130 中“吡蚜灵质量分数的测定”进行。

5.33 哒嗪硫磷(pyridaphenthione)

5.33.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以邻苯二甲酸二己酯为内标物,使用 HP-5 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的哒嗪硫磷进行气相色谱分离,内标法定量。

5.33.2 试剂和溶液

5.33.2.1 丙酮。

5.33.2.2 内标物:邻苯二甲酸二己酯。

5.33.2.3 内标溶液:称取 2.6 g 邻苯二甲酸二己酯,置于 500 mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.33.2.4 哒嗪硫磷标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.33.3 操作条件

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

5.33.3.2 温度($^{\circ}\text{C}$):柱室 230,气化室 260,检测器室 270。

5.33.3.3 气体流量(mL/min):载气(N_2)1.5,氢气 30,空气 300。

5.33.3.4 分流比:60:1。

5.33.3.5 进样体积:1.0 μL 。

5.33.3.6 保留时间(min):邻苯二甲酸二己酯约 4.4,哒嗪硫磷约 5.9。

5.33.4 溶液的制备

称取 0.05 g(精确至 0.000 1 g)哒嗪硫磷标样,置于 25 mL 容量瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,用丙酮稀释至刻度,摇匀。

5.34 稻丰散(phenthoate)

5.34.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以正十八烷为内标物,使用 HP-5 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的稻丰散进行气相色谱分离,内标法定量。

5.34.2 试剂和溶液

5.34.2.1 丙酮。

5.34.2.2 内标物:正十八烷。

5.34.2.3 内标溶液:称取 0.5 g 正十八烷,置于 500 mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.34.2.4 稻丰散标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.34.3 操作条件

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

5.34.3.2 温度($^{\circ}\text{C}$):柱室 160,气化室 230,检测器室 240。

5.34.3.3 气体流量(mL/min):载气(N_2)1.5,氢气 30,空气 300。

5.34.3.4 分流比:30:1。

5.34.3.5 进样体积:1.0 μL 。

5.34.3.6 保留时间(min):正十八烷约 3.1,稻丰散约 5.2。

5.34.4 溶液的制备

称取 0.02 g(精确至 0.000 01 g)稻丰散标样,置于 10 mL 容量瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,

用丙酮稀释至刻度,摇匀。

5.35 稻瘟灵(isoprothiolane)

按 HG/T 3304 中“稻瘟灵质量分数的测定”进行。

5.36 滴滴涕(p,p'-DDT)

5.36.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以邻苯二甲酸二戊酯为内标物,使用 DB-XLB 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的滴滴涕进行气相色谱分离,内标法定量。

5.36.2 试剂和溶液

5.36.2.1 丙酮。

5.36.2.2 内标物:邻苯二甲酸二戊酯。

5.36.2.3 内标溶液:称取 2.0 g 邻苯二甲酸二戊酯,置于 500 mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.36.2.4 滴滴涕标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.36.3 操作条件

5.36.3.1 色谱柱:30 m×0.25 mm(内径)DB-XLB 毛细管柱,膜厚 0.25 μm 。

5.36.3.2 温度($^{\circ}\text{C}$):柱室 220,气化室 250,检测器室 250。

5.36.3.3 气体流量(mL/min):载气(N_2)1.2,氢气 30,空气 300。

5.36.3.4 分流比:20:1。

5.36.3.5 进样体积:1.0 μL 。

5.36.3.6 保留时间(min):邻苯二甲酸二戊酯约 7.1,o,p'-DDT 约 10.9,p,p'-DDT(滴滴涕)约 14.4。

5.36.4 溶液的制备

称取 0.05 g(精确至 0.000 1 g)滴滴涕标样,置于 25 mL 容量瓶中,用移液管加入 10 mL 内标溶液,用丙酮稀释至刻度,摇匀。

5.37 敌稗(propanil)

5.37.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解,以正二十烷为内标物,使用 HP-1 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的敌稗进行气相色谱分离,内标法定量。

5.37.2 试剂和溶液

5.37.2.1 三氯甲烷。

5.37.2.2 内标物:正二十烷。

5.37.2.3 内标溶液:称取 1.0 g 正二十烷,置于 500 mL 容量瓶中,用三氯甲烷溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.37.2.4 敌稗标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.37.3 操作条件

5.37.3.1 色谱柱:30 m×0.32 mm(内径)HP-1 毛细管柱,膜厚 0.25 μm 。

5.37.3.2 温度($^{\circ}\text{C}$):柱室 190,气化室 250,检测器室 250。

5.37.3.3 气体流量(mL/min):载气(N_2)1.5,氢气 30,空气 300。

5.37.3.4 分流比:20:1。

5.37.3.5 进样体积:1.0 μL 。

5.37.3.6 保留时间(min):敌稗约 3.6,正二十烷约 5.8。

5.37.4 溶液的制备

称取 0.015 g(精确至 0.000 01 g)敌稗标样,置于 10 mL 容量瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,用三氯甲烷稀释至刻度,摇匀。

5.38 敌草胺(napropamide)

5.38.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以邻苯二甲酸二丁酯为内标物,使用 HP-5 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的敌草胺进行气相色谱分离,内标法定量。

5.38.2 试剂和溶液

5.38.2.1 丙酮。

5.38.2.2 内标物:邻苯二甲酸二丁酯。

5.38.2.3 内标溶液:称取 1.5 g 邻苯二甲酸二丁酯,置于 500 mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.38.2.4 敌草胺标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.38.3 操作条件

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

5.38.3.2 温度($^{\circ}\text{C}$):柱室 230,气化室 280,检测器室 300。

5.38.3.3 气体流量(mL/min):载气(N_2)1.5,氢气 30,空气 300。

5.38.3.4 分流比:30:1。

5.38.3.5 进样体积:1.0 μL 。

5.38.3.6 保留时间(min):邻苯二甲酸二丁酯约 4.0,敌草胺约 6.0。

5.38.4 溶液的制备

称取 0.01 g(精确至 0.000 01 g)敌草胺标样,置于 10 mL 容量瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,用丙酮稀释至刻度,摇匀。

5.39 敌敌畏(dichlorvos)

5.39.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以正十六烷为内标物,使用 DB-35 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的敌敌畏进行气相色谱分离,内标法定量。

5.39.2 试剂和溶液

5.39.2.1 丙酮。

5.39.2.2 内标物:正十六烷。

5.39.2.3 内标溶液:称取 1.2 g 正十六烷,置于 500 mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.39.2.4 敌敌畏标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.39.3 操作条件

5.39.3.1 色谱柱:30 m×0.25 mm(内径)DB-35 毛细管柱,膜厚 0.25 μm 。

5.39.3.2 温度($^{\circ}\text{C}$):柱室 140,气化室 230,检测器室 230。

5.39.3.3 气体流量(mL/min):载气(N_2)1.5,氢气 30,空气 300。

5.39.3.4 分流比:20:1。

5.39.3.5 进样体积:1.0 μL 。

5.39.3.6 保留时间(min):敌敌畏约 3.0,正十六烷约 5.7。

5.39.4 溶液的制备

称取 0.05 g(精确至 0.000 1 g)敌敌畏标样,置于 25 mL 容量瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,用丙酮稀释至刻度,摇匀。

5.40 敌瘟磷(edifenphos)

5.40.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以邻苯二甲酸二戊酯为内标物,使用 HP-5 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试

样中的敌瘟磷进行气相色谱分离,内标法定量。

5.40.2 试剂和溶液

5.40.2.1 丙酮。

5.40.2.2 内标物:邻苯二甲酸二戊酯。

5.40.2.3 内标溶液:称取 5.0 g 邻苯二甲酸二戊酯,置于 500 mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.40.2.4 敌瘟磷标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.40.3 操作条件

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

5.40.3.2 温度($^{\circ}\text{C}$):柱室 230,气化室 250,检测器室 250。

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

5.40.3.4 分流比:20:1。

5.40.3.5 进样体积:1.0 μL 。

5.40.3.6 保留时间(min):邻苯二甲酸二戊酯约 3.3,敌瘟磷约 5.2。

5.40.4 溶液的制备

称取 0.05 g(精确至 0.000 1 g)敌瘟磷标样,置于 25 mL 容量瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,用丙酮稀释至刻度,摇匀。

5.41 地虫硫磷(fonofos)

5.41.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以邻苯二甲酸二丁酯为内标物,使用 DB-5 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的地虫硫磷进行气相色谱分离,内标法定量。

5.41.2 试剂和溶液

5.41.2.1 丙酮。

5.41.2.2 内标物:邻苯二甲酸二丁酯。

5.41.2.3 内标溶液:称取 0.8 g 邻苯二甲酸二丁酯,置于 500 mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.41.2.4 地虫硫磷标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.41.3 操作条件

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

5.41.3.2 温度($^{\circ}\text{C}$):柱室 185,气化室 230,检测器室 270。

5.41.3.3 气体流量(mL/min):载气(N_2)1.0,氢气 30,空气 300。

5.41.3.4 分流比:20:1。

5.41.3.5 进样体积:1.0 μL 。

5.41.3.6 保留时间(min):地虫硫磷约 6.4,邻苯二甲酸二丁酯约 10.1。

5.41.4 溶液的制备

称取 0.01 g(精确至 0.000 01 g)地虫硫磷标样,置于 50 mL 容量瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,用丙酮稀释至刻度,摇匀。

5.42 丁草胺(butachlor)

5.42.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以邻苯二甲酸二丁酯为内标物,使用 HP-5 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的丁草胺进行气相色谱分离,内标法定量。

5.42.2 试剂和溶液

5.42.2.1 丙酮。

5.42.2.2 内标物:邻苯二甲酸二丁酯。

5.42.2.3 内标溶液:称取 5.2 g 邻苯二甲酸二丁酯,置于 500 mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.42.2.4 丁草胺标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.42.3 操作条件

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

5.42.3.2 温度($^{\circ}\text{C}$):柱室 210,气化室 250,检测器室 270。

5.42.3.3 气体流量(mL/min):载气(N_2)1.5,氢气 30,空气 300。

5.42.3.4 分流比:50:1。

5.42.3.5 进样体积:1.0 μL 。

5.42.3.6 保留时间(min):邻苯二甲酸二丁酯约 4.6,丁草胺约 7.4。

5.42.4 溶液的制备

称取 0.1 g(精确至 0.000 1 g)丁草胺标样,置于 25 mL 容量瓶中,用移液管加入 10 mL 内标溶液,用丙酮稀释至刻度,摇匀。

5.43 丁子香酚(eugenol)

5.43.1 方法提要

试样用乙酸乙酯溶解,以联苯为内标物,使用 DB-FFAP 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的丁子香酚进行气相色谱分离,内标法定量。

5.43.2 试剂和溶液

5.43.2.1 乙酸乙酯。

5.43.2.2 内标物:联苯。

5.43.2.3 内标溶液:称取 0.5 g 联苯,置于 500 mL 容量瓶中,用乙酸乙酯溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.43.2.4 丁子香酚标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.43.3 操作条件

5.43.3.1 色谱柱:30 m×0.53 mm(内径)DB-FFAP 毛细管柱,膜厚 0.25 μm 。

5.43.3.2 温度($^{\circ}\text{C}$):柱室 130,气化室 250,检测器室 250。

5.43.3.3 气体流量(mL/min):载气(N_2)1.5,氢气 30,空气 300。

5.43.3.4 分流比:10:1。

5.43.3.5 进样体积:1.0 μL 。

5.43.3.6 保留时间(min):联苯约 9.7,丁子香酚约 19.3。

5.43.4 溶液的制备

称取 0.01 g(精确至 0.000 01 g)丁子香酚标样,置于 50 mL 容量瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,用乙酸乙酯稀释至刻度,摇匀。

5.44 毒草胺(propachlor)

5.44.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以邻苯二甲酸二丙酯为内标物,使用 HP-5 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的毒草胺进行气相色谱分离,内标法定量。

5.44.2 试剂和溶液

5.44.2.1 丙酮。

5.44.2.2 内标物:邻苯二甲酸二丙酯。

5.44.2.3 内标溶液:称取 2.0 g 邻苯二甲酸二丙酯,置于 500 mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,

摇匀。

5.44.2.4 毒草胺标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.44.3 操作条件

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

5.44.3.2 温度($^{\circ}\text{C}$):柱室 180,气化室 200,检测器室 210。

5.44.3.3 气体流量(mL/min):载气(N_2)1.0,氢气 40,空气 400。

5.44.3.4 分流比:30:1。

5.44.3.5 进样体积:1.0 μL 。

5.44.3.6 保留时间(min):毒草胺约 5.4,邻苯二甲酸二丙酯约 8.0。

5.44.4 溶液的制备

称取 0.02 g(精确至 0.000 01 g)毒草胺标样,置于 50 mL 容量瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,用丙酮稀释至刻度,摇匀。

5.45 毒鼠强(tetramine)

5.45.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以邻苯二甲酸二丁酯为内标物,使用 HP-5 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的毒鼠强进行气相色谱分离,内标法定量。

5.45.2 试剂和溶液

5.45.2.1 丙酮。

5.45.2.2 内标物:邻苯二甲酸二丁酯。

5.45.2.3 内标溶液:称取 0.3 g 邻苯二甲酸二丁酯,置于 500 mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.45.2.4 毒鼠强标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.45.3 操作条件

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

5.45.3.2 温度($^{\circ}\text{C}$):柱室 180,气化室 280,检测器室 280。

5.45.3.3 气体流量(mL/min):载气(N_2)1.0,氢气 40,空气 400。

5.45.3.4 分流比:10:1。

5.45.3.5 进样体积:1.0 μL 。

5.45.3.6 保留时间(min):毒鼠强约 6.3,邻苯二甲酸二丁酯约 12.5。

5.45.4 溶液的制备

称取 0.05 g(精确至 0.000 1 g)毒鼠强标样,置于 25 mL 容量瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,用丙酮稀释至刻度,摇匀。

5.46 毒死蜱(chlorpyrifos)

按 GB/T 19604 中“毒死蜱质量分数的测定”进行。

5.47 对二氯苯(p-dichlorobenzene)

5.47.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以正十二烷为内标物,使用 HP-5 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的对二氯苯进行气相色谱分离,内标法定量。

5.47.2 试剂和溶液

5.47.2.1 丙酮。

5.47.2.2 内标物:正十二烷。

5.47.2.3 内标溶液:称取 2.8 g 正十二烷,置于 500 mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.47.2.4 对二氯苯标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.47.3 操作条件

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

5.47.3.2 温度($^{\circ}\text{C}$):柱室 120,气化室 200,检测器室 200。

5.47.3.3 气体流量(mL/min):载气(N_2)1.0,氢气 30,空气 300。

5.47.3.4 分流比:50:1。

5.47.3.5 进样体积:1.0 μL 。

5.47.3.6 保留时间(min):对二氯苯约 3.5,正十二烷约 5.6。

5.47.4 溶液的制备

称取 0.05 g(精确至 0.000 1 g)对二氯苯标样,置于 25 mL 容量瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,用丙酮稀释至刻度,摇匀。

5.48 对硫磷(parathion)

5.48.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以邻苯二甲酸二戊酯为内标物,使用 HP-5 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的对硫磷进行气相色谱分离,内标法定量。

5.48.2 试剂和溶液

5.48.2.1 丙酮。

5.48.2.2 内标物:邻苯二甲酸二戊酯。

5.48.2.3 内标溶液:称取 2.6 g 邻苯二甲酸二戊酯,置于 500 mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.48.2.4 对硫磷标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.48.3 操作条件

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

5.48.3.2 温度($^{\circ}\text{C}$):柱室 200,气化室 230,检测器室 250。

5.48.3.3 气体流量(mL/min):载气(N_2)1.5,氢气 40,空气 300。

5.48.3.4 分流比:60:1。

5.48.3.5 进样体积:1.0 μL 。

5.48.3.6 保留时间(min):对硫磷约 4.5,邻苯二甲酸二戊酯约 6.7。

5.48.4 溶液的制备

称取 0.05 g(精确至 0.000 1 g)对硫磷标样,置于 25 mL 容量瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,用丙酮稀释至刻度,摇匀。

5.49 多效唑(paclobutrazol)

按 GB/T 22172 中“多效唑质量分数的测定”进行。

5.50 莪术醇(curcumol)

5.50.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以正十八烷为内标物,使用 DB-1 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的莪术醇进行气相色谱分离,内标法定量。

5.50.2 试剂和溶液

5.50.2.1 丙酮。

5.50.2.2 内标物:正十八烷。

5.50.2.3 内标溶液:称取 0.6 g 正十八烷,置于 500 mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.50.2.4 莪术醇标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.50.3 操作条件

5.50.3.1 色谱柱:30 m×0.32 mm(内径)DB-1 毛细管柱,膜厚 0.25 μm。

5.50.3.2 温度(°C):柱室 165,气化室 210,检测器室 220。

5.50.3.3 气体流量(mL/min):载气(N₂)1.0,氢气 30,空气 300。

5.50.3.4 分流比:10:1。

5.50.3.5 进样体积:1.0 μL。

5.50.3.6 保留时间(min):莜术醇约 7.2,正十八烷约 13.1。

5.50.4 溶液的制备

称取 0.01 g(精确至 0.000 01 g)莜术醇标样,置于 50 mL 容量瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,用丙酮稀释至刻度,摇匀。

5.51 噁草酮(oxadiazon)

按 GB/T 22173 中“噁草酮质量分数的测定”进行。

5.52 噁霉灵(hymexazol)

5.52.1 方法提要

试样用乙酸乙酯溶解,以联苯为内标物,使用 DB-FFAP 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的噁霉灵进行气相色谱分离,内标法定量。

5.52.2 试剂和溶液

5.52.2.1 乙酸乙酯。

5.52.2.2 内标物:联苯。

5.52.2.3 内标溶液:称取 0.4 g 联苯,置于 500 mL 容量瓶中,用乙酸乙酯溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.52.2.4 噁霉灵标样:已知质量分数,ω≥98.0%。

5.52.3 操作条件

5.52.3.1 色谱柱:30 m×0.53 mm(内径)DB-FFAP 毛细管柱,膜厚 0.25 μm。

5.52.3.2 温度(°C):柱室 160,气化室 230,检测器室 230。

5.52.3.3 气体流量(mL/min):载气(N₂)2.0,氢气 30,空气 300。

5.52.3.4 分流比:30:1。

5.52.3.5 进样体积:1.0 μL。

5.52.3.6 保留时间(min):联苯约 3.7,噁霉灵约 7.4。

5.52.4 溶液的制备

称取 0.02 g(精确至 0.000 01 g)噁霉灵标样,置于 10 mL 容量瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,用乙酸乙酯稀释至刻度,摇匀。

5.53 噁唑菌酮(famoxadone)

5.53.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以邻苯二甲酸二辛酯为内标物,使用 HP-5 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的噁唑菌酮进行气相色谱分离,内标法定量。

5.53.2 试剂和溶液

5.53.2.1 丙酮。

5.53.2.2 内标物:邻苯二甲酸二辛酯。

5.53.2.3 内标溶液:称取 4.0 g 邻苯二甲酸二辛酯,置于 500 mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.53.2.4 噁唑菌酮标样:已知质量分数,ω≥98.0%。

5.53.3 操作条件

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

5.53.3.2 温度(℃):柱室 270,气化室 280,检测器室 300。

5.53.3.3 气体流量(mL/min):载气(N₂)2.0,氢气 30,空气 300。

5.53.3.4 分流比:20:1。

5.53.3.5 进样体积:1.0 μL。

5.53.3.6 保留时间(min):邻苯二甲酸二辛酯约 4.2,噁唑菌酮约 8.9。

5.53.4 溶液的制备

称取 0.05 g(精确至 0.000 1 g)噁唑菌酮标样,置于 25 mL 容量瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,用丙酮稀释至刻度,摇匀。

5.54 二化螟性诱剂:顺-9-十六碳烯醛[(Z)-9-hexadecenal]

5.54.1 方法提要

试样用乙酸乙酯溶解,以十六烷为内标物,使用 HP-5 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的顺-9-十六碳烯醛、顺-11-十六碳烯醛、顺-13-十八碳烯醛进行气相色谱分离,内标法定量。

注:顺-9-十六碳烯醛、顺-11-十六碳烯醛、顺-13-十八碳烯醛是二化螟性诱剂中有效成分,用同一方法进行测定。

5.54.2 试剂和溶液

5.54.2.1 乙酸乙酯。

5.54.2.2 内标物:正十六烷。

5.54.2.3 内标溶液:称取 0.5 g 正十六烷,置于 500 mL 容量瓶中,用乙酸乙酯溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.54.2.4 顺-9-十六碳烯醛标样:已知质量分数,ω≥97.0%。

5.54.2.5 顺-11-十六碳烯醛标样:已知质量分数,ω≥97.0%。

5.54.2.6 顺-13-十八碳烯醛标样:已知质量分数,ω≥95.0%。

5.54.3 操作条件

5.54.3.1 色谱柱:30 m×0.32 mm(内径)DB-17 毛细管柱,膜厚 0.25 μm。

5.54.3.2 温度:柱室 160℃保持 38 min,以 30℃/min 升温至 200℃保持 10 min,以 30℃/min 升温至 240℃保持 5 min;气化室 250℃,检测器室 250℃。

5.54.3.3 气体流量(mL/min):载气(N₂)2.0,氢气 40,空气 300。

5.54.3.4 分流比:5:1。

5.54.3.5 进样体积:1.0 μL。

5.54.3.6 保留时间(min):正十六烷约 15.4,顺-9-十六碳烯醛约 31.8,顺-11-十六碳烯醛约 32.9,顺-13-十八碳烯醛约 45.3。

5.54.4 溶液的制备

5.54.4.1 标样溶液的制备

分别称取 0.01 g(精确至 0.000 01 g)顺-9-十六碳烯醛和顺-13-十八碳烯醛标样,置于 10 mL 容量瓶中,用乙酸乙酯稀释至刻度,摇匀,作为标样母液。

称取 0.01 g(精确至 0.000 01 g)顺-11-十六碳烯醛标样,置于 25 mL 容量瓶中,用移液管加入 1 mL 标样母液,再用移液管加入 5 mL 内标溶液,用乙酸乙酯稀释至刻度,摇匀,作为标样溶液。

5.54.4.2 挥散芯试样溶液的制备

称取 10 个试样(精确至 0.000 1 g),用剪刀剪开试样一端的封口,将药液倒入 50 mL 具塞锥形瓶中,轻轻敲打,尽可能地倒空药液,然后用剪刀将试样剪成 5 mm 长的小段,置于锥形瓶中;准确移取 20 mL 乙酸乙酯清洗剪刀,将洗液置于锥形瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,超声波振荡 5 min,冷却至室温,摇匀。

注:本方法适用于管状挥散芯试样。

5.55 二化螟性诱剂:顺-11-十六碳烯醛[(Z)-11-hexadecenal]

按 5.54 进行测定。

5.56 二化螟性诱剂:顺-13-十八碳烯醛[(Z)-13-octadecenal]

按 5.54 进行测定。

5.57 二甲戊灵(pendimethalin)

5.57.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以邻苯二甲酸二丁酯为内标物,使用 HP-5 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的二甲戊灵进行气相色谱分离,内标法定量。

5.57.2 试剂和溶液

5.57.2.1 丙酮。

5.57.2.2 内标物:邻苯二甲酸二丁酯。

5.57.2.3 内标溶液:称取 4.0 g 邻苯二甲酸二丁酯,置于 500 mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.57.2.4 二甲戊灵标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.57.3 操作条件

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

5.57.3.2 温度($^{\circ}\text{C}$):柱室 200,气化室 250,检测器室 260。

5.57.3.3 气体流量(mL/min):载气(N_2)1.5,氢气 30,空气 300。

5.57.3.4 分流比:80:1。

5.57.3.5 进样体积:1.0 μL 。

5.57.3.6 保留时间(min):邻苯二甲酸二丁酯约 4.0,二甲戊灵约 5.2。

5.57.4 溶液的制备

称取 0.1 g(精确至 0.000 1 g)二甲戊灵标样,置于 25 mL 容量瓶中,用移液管加入 10 mL 内标溶液,用丙酮稀释至刻度,摇匀。

5.58 二嗪磷(diazinon)

5.58.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以邻苯二甲酸二丁酯为内标物,使用 HP-5 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的二嗪磷进行气相色谱分离,内标法定量。

5.58.2 试剂和溶液

5.58.2.1 丙酮。

5.58.2.2 内标物:邻苯二甲酸二丁酯。

5.58.2.3 内标溶液:称取 7.0 g 邻苯二甲酸二丁酯,置于 500 mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.58.2.4 二嗪磷标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.58.3 操作条件

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

5.58.3.2 温度($^{\circ}\text{C}$):柱室 180,气化室 230,检测器室 250。

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

5.58.3.4 分流比:20:1。

5.58.3.5 进样体积:1.0 μL 。

5.58.3.6 保留时间(min):二嗪磷约 4.5,邻苯二甲酸二丁酯约 7.3。

5.58.4 溶液的制备

称取 0.1 g(精确至 0.000 1 g)二嗪磷标样,置于 25 mL 容量瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,用丙酮稀释至刻度,摇匀。

5.59 二溴乙烷(ethylene dibromide)

5.59.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以正庚烷为内标物,使用 HP-5 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的二溴乙烷进行气相色谱分离,内标法定量。

5.59.2 试剂和溶液

5.59.2.1 丙酮。

5.59.2.2 内标物:正庚烷。

5.59.2.3 内标溶液:称取 1.0 g 正庚烷,置于 500 mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.59.2.4 二溴乙烷标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.59.3 操作条件

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

5.59.3.2 温度($^{\circ}\text{C}$):柱室 50,气化室 210,检测器室 230。

5.59.3.3 气体流量(mL/min):载气(N_2)1.0,氢气 30,空气 300。

5.59.3.4 分流比:30:1。

5.59.3.5 进样体积:1.0 μL 。

5.59.3.6 保留时间(min):正庚烷约 4.7,二溴乙烷约 7.6。

5.59.4 溶液的制备

称取 0.05 g(精确至 0.000 1 g)二溴乙烷标样,置于 25 mL 容量瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,用丙酮稀释至刻度,摇匀。

5.60 粉唑醇(flutriafol)

5.60.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以邻苯二甲酸二丁酯为内标物,使用 DB-5 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的粉唑醇进行气相色谱分离,内标法定量。

5.60.2 试剂和溶液

5.60.2.1 丙酮。

5.60.2.2 内标物:邻苯二甲酸二丁酯。

5.60.2.3 内标溶液:称取 4.5 g 邻苯二甲酸二丁酯,置于 500 mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.60.2.4 粉唑醇标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.60.3 操作条件

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

5.60.3.2 温度($^{\circ}\text{C}$):柱室 230,气化室 250,检测器室 300。

5.60.3.3 气体流量(mL/min):载气(N_2)1.5,氢气 30,空气 300。

5.60.3.4 分流比:15:1。

5.60.3.5 进样体积:1.0 μL 。

5.60.3.6 保留时间(min):邻苯二甲酸二丁酯约 3.5,粉唑醇约 4.4。

5.60.4 溶液的制备

称取 0.05 g(精确至 0.000 1 g)粉唑醇标样,置于 25 mL 容量瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,用丙酮稀释至刻度,摇匀。

5.61 氟吡菌酰胺(fluopyram)

5.61.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以邻苯二甲酸二戊酯为内标物,使用 DB-5 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的氟吡菌酰胺进行气相色谱分离,内标法定量。

5.61.2 试剂和溶液

5.61.2.1 丙酮。

5.61.2.2 内标物:邻苯二甲酸二戊酯。

5.61.2.3 内标溶液:称取 3.3 g 邻苯二甲酸二戊酯,置于 500 mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.61.2.4 氟吡菌酰胺标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.61.3 操作条件

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

5.61.3.2 温度($^{\circ}\text{C}$):柱室 220,气化室 240,检测器室 300。

5.61.3.3 气体流量(mL/min):载气(N_2)1.5,氢气 30,空气 300。

5.61.3.4 分流比:15:1。

5.61.3.5 进样体积:1.0 μL 。

5.61.3.6 保留时间(min):氟吡菌酰胺约 4.9,邻苯二甲酸二戊酯约 5.9。

5.61.4 溶液的制备

称取 0.05 g(精确至 0.000 1 g)氟吡菌酰胺标样,置于 25 mL 容量瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,用丙酮稀释至刻度,摇匀。

5.62 氟丙菊酯(acrinathrin)

5.62.1 氟丙菊酯总酯质量分数的测定

5.62.1.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以正二十烷为内标物,使用 HP-5 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的氟丙菊酯总酯进行气相色谱分离,内标法定量。

5.62.1.2 试剂和溶液

5.62.1.2.1 丙酮。

5.62.1.2.2 内标物:正二十烷。

5.62.1.2.3 内标溶液:称取 1.2 g 正二十烷,置于 500 mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.62.1.2.4 氟丙菊酯标样:已知氟丙菊酯总酯质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.62.1.3 操作条件

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

5.62.1.3.2 温度:柱室 200 $^{\circ}\text{C}$ 保持 1 min,以 25 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至 280 $^{\circ}\text{C}$ 保持 3 min;气化室 260 $^{\circ}\text{C}$,检测器室 300 $^{\circ}\text{C}$ 。

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

5.62.1.3.4 分流比:10:1。

5.62.1.3.5 进样体积:1.0 μL 。

5.62.1.3.6 保留时间(min):正二十烷约 3.0,氟丙菊酯总酯约 5.3。

5.62.1.4 溶液的制备

称取 0.025 g(精确至 0.000 01 g)氟丙菊酯标样,置于 25 mL 容量瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,用丙酮稀释至刻度,摇匀。

5.62.2 氟丙菊酯比例的测定

5.62.2.1 方法提要

试样用流动相溶解,以正戊烷+四氢呋喃为流动相,使用以 Luna Silica 为填料的不锈钢柱和紫外检测器,在波长 235 nm 下对试样中氟丙菊酯进行正相高效液相色谱分离和测定。

5.62.2.2 试剂和溶液

5.62.2.2.1 正戊烷:色谱级。

5.62.2.2.2 四氢呋喃:色谱级。

5.62.2.3 操作条件

5.62.2.3.1 流动相: Ψ (正戊烷:四氢呋喃)=98:2。

5.62.2.3.2 色谱柱:250 mm×4.6 mm(内径)不锈钢柱,内装 Luna Silica,5 μ m 填充物。

5.62.2.3.3 流速:1.0 mL/min。

5.62.2.3.4 柱温:(30±2)℃。

5.62.2.3.5 检测波长:235 nm。

5.62.2.3.6 进样体积:10 μ L。

5.62.2.3.7 保留时间:*R*-异构体约 4.6 min,氟丙菊酯约 6.6 min。

5.62.2.4 溶液的制备

称取含 0.02 g(精确至 0.000 1 g)氟丙菊酯的试样,置于 25 mL 容量瓶中,用流动相溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.63 氟虫胺(sulfluramid)

5.63.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以邻苯二甲酸二甲酯为内标物,使用 HP-5 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的氟虫胺进行气相色谱分离,内标法定量。

5.63.2 试剂和溶液

5.63.2.1 丙酮。

5.63.2.2 内标物:邻苯二甲酸二甲酯。

5.63.2.3 内标溶液:称取 1.5 g 邻苯二甲酸二甲酯,置于 500 mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.63.2.4 氟虫胺标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.63.3 操作条件

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

5.63.3.2 温度(℃):柱室 120℃保持 1 min,以 20℃/min 升温至 280℃保持 1 min;气化室 240℃,检测器室 300℃。

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

5.63.3.4 分流比:10:1。

5.63.3.5 进样体积:1.0 μ L。

5.63.3.6 保留时间(min):氟虫胺约 2.6,邻苯二甲酸二甲酯约 4.2。

5.63.4 溶液的制备

称取 0.03 g(精确至 0.000 01 g)氟虫胺标样,置于 25 mL 容量瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,用丙酮稀释至刻度,摇匀。

5.64 氟啶虫酰胺(flonicamid)

5.64.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以邻苯二甲酸二丁酯为内标物,使用 DB-5 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的氟啶虫酰胺进行气相色谱分离,内标法定量。

5.64.2 试剂和溶液

- 5.64.2.1 丙酮。
- 5.64.2.2 内标物:邻苯二甲酸二丁酯。
- 5.64.2.3 内标溶液:称取 2.8 g 邻苯二甲酸二丁酯,置于 500 mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。
- 5.64.2.4 氟啶虫酰胺标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。
- 5.64.3 操作条件
- 5.64.3.1 色谱柱:30 m×0.32 mm(内径)DB-5 毛细管柱,膜厚 0.25 μm 。
- 5.64.3.2 温度($^{\circ}\text{C}$):柱室 185,气化室 240,检测器室 290。
- 5.64.3.3 气体流量(mL/min):载气(N_2)1.5,氢气 30,空气 300。
- 5.64.3.4 分流比:20:1。
- 5.64.3.5 进样体积:1.0 μL 。
- 5.64.3.6 保留时间(min):氟啶虫酰胺约 3.6,邻苯二甲酸二丁酯约 9.9。
- 5.64.4 溶液的制备

称取 0.05 g(精确至 0.000 1 g)氟啶虫酰胺标样,置于 25 mL 容量瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,用丙酮稀释至刻度,摇匀。

5.65 氟硅唑(flusilazole)

按 NY/T 3774 中“氟硅唑质量分数的测定”进行。

5.66 氟环唑(epoxiconazole)

按 HG/T 5429 中“氟环唑质量分数的测定”进行。

5.67 氟菌唑(triflumizole)

5.67.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以邻苯二甲酸二丁酯为内标物,使用 HP-5 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的氟菌唑进行气相色谱分离,内标法定量。

5.67.2 试剂和溶液

- 5.67.2.1 丙酮。
- 5.67.2.2 内标物:邻苯二甲酸二丁酯。
- 5.67.2.3 内标溶液:称取 4.0 g 邻苯二甲酸二丁酯,置于 500 mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。
- 5.67.2.4 氟菌唑标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.67.3 操作条件

- 5.67.3.1 色谱柱:30 m×0.32 mm(内径)HP-5 毛细管柱,膜厚 0.25 μm 。
- 5.67.3.2 温度($^{\circ}\text{C}$):柱室 190,气化室 280,检测器室 280。
- 5.67.3.3 气体流量(mL/min):载气(N_2)2.0,氢气 30,空气 300。
- 5.67.3.4 分流比:20:1。
- 5.67.3.5 进样体积:1.0 μL 。
- 5.67.3.6 保留时间(min):邻苯二甲酸二丁酯约 6.8,氟菌唑约 10.7。

5.67.4 溶液的制备

称取 0.05 g(精确至 0.000 1 g)氟菌唑标样,置于 25 mL 容量瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,用丙酮稀释至刻度,摇匀。

5.68 氟乐灵(trifluralin)

5.68.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以邻苯二甲酸二丁酯为内标物,使用 DB-5 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试

样中的氟乐灵进行气相色谱分离,内标法定量。

5.68.2 试剂和溶液

5.68.2.1 丙酮。

5.68.2.2 内标物:邻苯二甲酸二丁酯。

5.68.2.3 内标溶液:称取 2.5 g 邻苯二甲酸二丁酯,置于 500 mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.68.2.4 氟乐灵标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.68.3 操作条件

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

5.68.3.2 温度($^{\circ}\text{C}$):柱室 180,气化室 200,检测器室 270。

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

5.68.3.4 分流比:20:1。

5.68.3.5 进样体积:1.0 μL 。

5.68.3.6 保留时间(min):氟乐灵约 3.5,邻苯二甲酸二丁酯约 8.3。

5.68.4 溶液的制备

称取 0.025 g(精确至 0.000 01 g)氟乐灵标样,置于 25 mL 容量瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,用丙酮稀释至刻度,摇匀。

5.69 氟硫草定(dithiopyr)

5.69.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以邻苯二甲酸二戊酯为内标物,使用 DB-5 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的氟硫草定进行气相色谱分离,内标法定量。

5.69.2 试剂和溶液

5.69.2.1 丙酮。

5.69.2.2 内标物:邻苯二甲酸二戊酯。

5.69.2.3 内标溶液:称取 3.0 g 邻苯二甲酸二戊酯,置于 500 mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.69.2.4 氟硫草定标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.69.3 操作条件

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

5.69.3.2 温度($^{\circ}\text{C}$):柱室 210,气化室 250,检测器室 300。

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

5.69.3.4 分流比:15:1。

5.69.3.5 进样体积:1.0 μL 。

5.69.3.6 保留时间(min):氟硫草定约 3.6,邻苯二甲酸二戊酯约 6.3。

5.69.4 溶液的制备

称取 0.05 g(精确至 0.000 1 g)氟硫草定标样,置于 25 mL 容量瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,用丙酮稀释至刻度,摇匀。

5.70 氟酰胺(flutolanil)

5.70.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以邻苯二甲酸二己酯为内标物,使用 DB-5 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的氟酰胺进行气相色谱分离,内标法定量。

5.70.2 试剂和溶液

- 5.70.2.1 丙酮。
- 5.70.2.2 内标物:邻苯二甲酸二己酯。
- 5.70.2.3 内标溶液:称取 4.0 g 邻苯二甲酸二己酯,置于 500 mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。
- 5.70.2.4 氟酰胺标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。
- 5.70.3 操作条件
- 5.70.3.1 色谱柱:30 m×0.32 mm(内径)DB-5 毛细管柱,膜厚 0.25 μm 。
- 5.70.3.2 温度($^{\circ}\text{C}$):柱室 200,气化室 290,检测器室 300。
- 5.70.3.3 气体流量(mL/min):载气(N_2)2.0,氢气 35,空气 330。
- 5.70.3.4 分流比:30:1。
- 5.70.3.5 进样体积:1.0 μL 。
- 5.70.3.6 保留时间(min):邻苯二甲酸二己酯约 8.6,氟酰胺约 14.2。
- 5.70.4 溶液的制备
- 称取 0.05 g(精确至 0.000 1 g)氟酰胺标样,置于 10 mL 容量瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,用丙酮稀释至刻度,摇匀。
- 5.71 氟乙酸钠(sodium fluoroacetate)
- 5.71.1 方法提要
- 试样用稀释溶剂溶解,以异戊醇为内标物,使用 PEG-20M 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的氟乙酸钠进行气相色谱分离,内标法定量。
- 5.71.2 试剂和溶液
- 5.71.2.1 甲醇。
- 5.71.2.2 浓盐酸。
- 5.71.2.3 内标物:异戊醇。
- 5.71.2.4 内标溶液:称取 2.5 g 异戊醇,置于 500 mL 容量瓶中,用稀释溶剂溶解并稀释至刻度,摇匀。
- 5.71.2.5 稀释溶剂: Ψ (浓盐酸:甲醇)=1:3
- 5.71.2.6 氟乙酸钠标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。
- 5.71.3 操作条件
- 5.71.3.1 色谱柱:30 m×0.25 mm(内径)PEG-20M 毛细管柱,膜厚 0.25 μm 。
- 5.71.3.2 温度($^{\circ}\text{C}$):柱室 80,气化室 220,检测器室 250。
- 5.71.3.3 气体流量(mL/min):载气(N_2)1.0,氢气 35,空气 350。
- 5.71.3.4 分流比:150:1。
- 5.71.3.5 进样体积:1.0 μL 。
- 5.71.3.6 保留时间(min):氟乙酸约 3.5,异戊醇约 5.0。
- 5.71.4 溶液的制备
- 称取 0.05 g(精确至 0.000 1 g)氟乙酸钠标样,置于 50 mL 容量瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,用稀释溶剂稀释至刻度,摇匀。
- 5.72 氟乙酰胺(fluoroacetamide)
- 5.72.1 方法提要
- 试样用丙酮溶解,以乙酰胺为内标物,使用 PEG-20M 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的氟乙酰胺进行气相色谱分离,内标法定量。
- 5.72.2 试剂和溶液
- 5.72.2.1 丙酮。

5.72.2.2 内标物:乙酰胺。

5.72.2.3 内标溶液:称取 3.8 g 乙酰胺,置于 500 mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.72.2.4 氟乙酰胺标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.72.3 操作条件

5.72.3.1 色谱柱:30 m×0.25 mm(内径)PEG-20M 毛细管柱,膜厚 0.25 μm 。

5.72.3.2 温度($^{\circ}\text{C}$):柱室 150,气化室 220,检测器室 250。

5.72.3.3 气体流量(mL/min):载气(N_2)1.0,氢气 35,空气 350。

5.72.3.4 分流比:150:1。

5.72.3.5 进样体积:1.0 μL 。

5.72.3.6 保留时间(min):氟乙酰胺约 5.5,乙酰胺约 6.8。

5.72.4 溶液的制备

称取 0.05 g(精确至 0.000 1 g)氟乙酰胺标样,置于 50 mL 容量瓶中,用移液管加入 10 mL 内标溶液,用丙酮稀释至刻度,摇匀。

5.73 氟唑环菌胺(sedaxane)

5.73.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解,以正二十八烷为内标物,使用 DB-5 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的氟唑环菌胺进行气相色谱分离,内标法定量。

5.73.2 试剂和溶液

5.73.2.1 三氯甲烷。

5.73.2.2 内标物:正二十八烷。

5.73.2.3 内标溶液:称取 2.0 g 正二十八烷,置于 500 mL 容量瓶中,用三氯甲烷溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.73.2.4 氟唑环菌胺标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.73.3 操作条件

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

5.73.3.2 温度($^{\circ}\text{C}$):柱室 200,气化室 300,检测器室 300。

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

5.73.3.4 分流比:20:1。

5.73.3.5 进样体积:1.0 μL 。

5.73.3.6 保留时间(min):氟唑环菌胺顺式体(SS+RR)约 5.1,氟唑环菌胺反式体(SR+RS)约 5.5,正二十八烷约 7.0。

注:计算氟唑环菌胺质量分数时,目标物峰面积为顺式体、反式体两个峰面积之和。

5.73.4 溶液的制备

称取 0.05 g(精确至 0.000 1 g)氟唑环菌胺标样,置于 10 mL 容量瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,用三氯甲烷稀释至刻度,摇匀。

5.74 氟唑菌苯胺(penflufen)

5.74.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解,以磷酸三苯酯为内标物,使用 DB-5 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的氟唑菌苯胺进行气相色谱分离,内标法定量。

5.74.2 试剂和溶液

5.74.2.1 三氯甲烷。

5.74.2.2 内标物:磷酸三苯酯。

5.74.2.3 内标溶液:称取 2.5 g 磷酸三苯酯,置于 500 mL 容量瓶中,用三氯甲烷溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.74.2.4 氟唑菌苯胺标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.74.3 操作条件

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

5.74.3.2 温度($^{\circ}\text{C}$):柱室 230,气化室 260,检测器室 280。

5.74.3.3 气体流量(mL/min):载气(N_2)1.5,氢气 30,空气 300。

5.74.3.4 分流比:30:1。

5.74.3.5 进样体积:1.0 μL 。

5.74.3.6 保留时间(min):氟唑菌苯胺约 5.3,磷酸三苯酯约 6.6。

5.74.4 溶液的制备

称取 0.02 g(精确至 0.000 01 g)氟唑菌苯胺标样,置于 10 mL 容量瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,用三氯甲烷稀释至刻度,摇匀。

5.75 腐霉利(procymidone)

按 NY/T 3999 中“腐霉利质量分数的测定”进行。

5.76 富右旋反式炔丙菊酯(rich-d-t-prallethrin)

按 NY/T 4007 中“炔丙菊酯质量分数的测定、右旋反式体比例的测定”进行。

5.77 富右旋反式烯丙菊酯(rich-d-transallethrin)

按 GB/T 34153 中“烯丙菊酯质量分数的测定、右旋体比例的测定”进行,以右旋反式体计算异构体比例。

5.78 甘氟(glyftor)

5.78.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以异戊醇为内标物,使用 DB-1701 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的甘氟 I 和甘氟 II 进行气相色谱分离,内标法定量。

注:甘氟是由 70%~80%的 1,3-二氟-2-丙醇(甘氟 I)和 20%~30%的 1-氯-3-氟-2-丙醇(甘氟 II)2 个成分组成的混合物,甘氟含量为 2 个组分之和。

5.78.2 试剂和溶液

5.78.2.1 丙酮。

5.78.2.2 内标物:异戊醇。

5.78.2.3 内标溶液:称取 7.5 g 异戊醇,置于 500 mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.78.2.4 甘氟 I 标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.78.2.5 甘氟 II 标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.78.3 操作条件

5.78.3.1 色谱柱:30 m×0.25 mm(内径)DB-1701 毛细管柱,膜厚 0.25 μm 。

5.78.3.2 温度($^{\circ}\text{C}$):柱室 50,气化室 250,检测器室 250。

5.78.3.3 气体流量(mL/min):载气(N_2)1.0,氢气 40,空气 400。

5.78.3.4 分流比:50:1。

5.78.3.5 进样体积:1.0 μL 。

5.78.3.6 保留时间(min):甘氟 I 约 5.5,异戊醇约 7.2,甘氟 II 约 13.8。

5.78.4 溶液的制备

称取 0.15 g(精确至 0.000 1 g)甘氟 I 标样、0.05 g(精确至 0.000 1 g)甘氟 II 标样,置于同一 50 mL 容量瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,用丙酮稀释至刻度,摇匀。

5.79 高效氯氟氰菊酯(λ -cyhalothrin)

按 GB/T 20695 中“高效氯氟氰菊酯质量分数的测定”进行。

5.80 硅丰环

5.80.1 方法提要

试样用二氯甲烷溶解,以邻苯二甲酸二丁酯为内标物,使用 DB-5 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的硅丰环进行气相色谱分离,内标法定量。

5.80.2 试剂和溶液

5.80.2.1 二氯甲烷。

5.80.2.2 内标物:邻苯二甲酸二丁酯。

5.80.2.3 内标溶液:称取 2.0 g 邻苯二甲酸二丁酯,置于 500 mL 容量瓶中,用二氯甲烷溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.80.2.4 硅丰环标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.80.3 操作条件

5.80.3.1 色谱柱:30 m \times 0.32 mm(内径)DB-5 毛细管柱,膜厚 0.25 μ m。

5.80.3.2 温度($^{\circ}$ C):柱室 190,气化室 260,检测器室 260。

5.80.3.3 气体流量(mL/min):载气(N_2)1.5,氢气 30,空气 300。

5.80.3.4 分流比:50:1。

5.80.3.5 进样体积:1.0 μ L。

5.80.3.6 保留时间(min):硅丰环约 5.6,邻苯二甲酸二丁酯约 6.6。

5.80.4 溶液的制备

称取 0.05 g(精确至 0.000 1 g)硅丰环标样,置于 10 mL 容量瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,用二氯甲烷稀释至刻度,摇匀。

5.81 硅噻菌胺(silthiopham)

5.81.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以邻苯二甲酸二戊酯为内标物,使用 DB-5 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的硅噻菌胺进行气相色谱分离,内标法定量。

5.81.2 试剂和溶液

5.81.2.1 丙酮。

5.81.2.2 内标物:邻苯二甲酸二戊酯。

5.81.2.3 内标溶液:称取 2.5 g 邻苯二甲酸二戊酯,置于 500 mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.81.2.4 硅噻菌胺标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.81.3 操作条件

5.81.3.1 色谱柱:30 m \times 0.32 mm(内径)DB-5 毛细管柱,膜厚 0.25 μ m。

5.81.3.2 温度($^{\circ}$ C):柱室 215,气化室 250,检测器室 260。

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

5.81.3.4 分流比:20:1。

5.81.3.5 进样体积:1.0 μ L。

5.81.3.6 保留时间(min):硅噻菌胺约 2.6,邻苯二甲酸二戊酯约 4.7。

5.81.4 溶液的制备

称取 0.05 g(精确至 0.000 1 g)硅噻菌胺标样,置于 10 mL 容量瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,用丙酮稀释至刻度,摇匀。

5.82 禾草丹(thiobencarb)

按 HG/T 2213 中“禾草丹质量分数的测定”进行。

5.83 禾草敌(molinate)

5.83.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以邻苯二甲酸二丁酯为内标物,使用 DB-5 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的禾草敌进行气相色谱分离,内标法定量。

5.83.2 试剂和溶液

5.83.2.1 丙酮。

5.83.2.2 内标物:邻苯二甲酸二丁酯。

5.83.2.3 内标溶液:称取 2.5 g 邻苯二甲酸二丁酯,置于 500 mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.83.2.4 禾草敌标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.83.3 操作条件

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

5.83.3.2 温度($^{\circ}\text{C}$):柱室 200,气化室 250,检测器室 270。

5.83.3.3 气体流量(mL/min):载气(N_2)1.5,氢气 30,空气 300。

5.83.3.4 分流比:20:1。

5.83.3.5 进样体积:1.0 μL 。

5.83.3.6 保留时间(min):禾草敌约 2.4,邻苯二甲酸二丁酯约 5.4。

5.83.4 溶液的制备

称取 0.05 g(精确至 0.000 1 g)禾草敌标样,置于 50 mL 容量瓶中,用移液管加入 10 mL 内标溶液,用丙酮稀释至刻度,摇匀。

5.84 禾草灵(diclofop-methyl)

5.84.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以邻苯二甲酸二戊酯为内标物,使用 HP-5 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的禾草灵进行气相色谱分离,内标法定量。

5.84.2 试剂和溶液

5.84.2.1 丙酮。

5.84.2.2 内标物:邻苯二甲酸二戊酯。

5.84.2.3 内标溶液:称取 2.5 g 邻苯二甲酸二戊酯,置于 500 mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.84.2.4 禾草灵标样:已知质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.84.3 操作条件

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

5.84.3.2 温度($^{\circ}\text{C}$):柱室 230,气化室 260,检测器室 280。

5.84.3.3 气体流量(mL/min):载气(N_2)1.5,氢气 30,空气 300。

5.84.3.4 分流比:30:1。

5.84.3.5 进样体积:1.0 μL 。

5.84.3.6 保留时间(min):邻苯二甲酸二戊酯约 4.2,禾草灵约 7.3。

5.84.4 溶液的制备

称取 0.025 g(精确至 0.000 01 g)禾草灵标样,置于 50 mL 容量瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,用丙酮稀释至刻度,摇匀。

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：<https://d.book118.com/086145154150010101>