

二溴氯丙烷有效成分含量的测定方法 气相色谱法

Method for the Determination of Active Content of 1,2-Dibromo-3-chloropropane-
Gas Chromatography (GC)

2020-03-16 发布

2020-04-16 实施

山东省市场监督管理局 发布

目 次

前言..... II

1 范围..... 1

2 方法提要..... 1

3 试剂和溶液..... 1

4 仪器..... 1

5 气相色谱仪条件..... 1

6 测定步骤..... 2

7 结果计算..... 2

8 允许差..... 2

附录 A（资料性附录） 有效成分二溴氯丙烷的其它名称、结构式和基本物化参数 3

附录 B（资料性附录） 二溴氯丙烷典型色谱图 4

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本标准由山东省农业农村厅提出并组织实施。

本标准由山东省农业标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：山东省农药检定所。

本标准主要起草人：李向阳、张耀中、姜士聚、周力、韩帅兵、迟归兵、吴亚玉、高艳、马克娥、袁敏、张佩佩、张晓婉、段元红。

二溴氯丙烷有效成分含量的测定方法 气相色谱法

1 范围

本标准规定了二溴氯丙烷有效成分含量的气相色谱测定方法。

本标准适用于二溴氯丙烷乳油中有效成分含量的测定。

注：二溴氯丙烷的其它名称、结构式和基本物化参数参见附录A。

2 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SH-Rtx-5毛细管柱和氢火焰离子化检测器，对试样中二溴氯丙烷进行气相色谱法分离，内标法定量。

3 试剂和溶液

3.1 丙酮，分析纯。

3.2 二溴氯丙烷标准品，已知二溴氯丙烷质量分数， $\omega \geq 98\%$ 。

3.3 内标物：邻苯二甲酸二甲酯，应不含有干扰色谱分析的杂质。

3.4 内标溶液：称取 0.8 g（精确至 0.01 g）邻苯二甲酸二甲酯，置于 250 mL 容量瓶中，用丙酮稀释并定容，充分混匀。

4 仪器

4.1 气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器。

4.2 色谱数据处理或色谱工作站。

4.3 分析天平：感量 0.01 g、0.0001 g 和 0.00001 g。

4.4 色谱柱：30 m×0.32 mm（内径）×0.25 μm（膜厚），SH-Rtx-5 或相当者。

4.5 超声波清洗器。

4.6 微量进样器：10 μL。

5 气相色谱仪条件

5.1 气体流速:

载气 (N₂) : 3.4 mL/min, 纯度大于99.99 %;

燃气 (H₂) : 30 mL/min, 纯度大于99.99 %;

助燃气 (Air) : 300 mL/min;

分流比30:1。

5.2 温度:

柱温: 初始温度60 °C, 保持1 min, 15 °C/min升温至200 °C, 保持0 min, 20 °C/min升温至260 °C, 保持3 min;

气化室: 200 °C;

检测器: 300 °C。

5.3 进样体积: 1.0 μL。

5.4 以上操作条件是典型的, 可根据不同仪器特点, 对给定的操作条件作适当调整, 以获得最佳效果, 典型的二溴氯丙烷气相色谱图参见附录 B, 其中二溴氯丙烷的保留时间约为 4.9 min, 内标物的保留时间约为 8.6 min。

6 测定步骤

6.1 标样溶液的配制

称取二溴氯丙烷标准品0.02 g (精确至0.00001 g), 置于10 mL容量瓶中, 用移液管准确加入5 mL内标溶液, 充分混匀。

6.2 试样溶液的配制

称取含有0.02 g二溴氯丙烷的试样 (精确至0.0001 g), 置于10 mL容量瓶中, 用6.1中使用的同一支移液管准确加入5 mL内标溶液, 充分混匀。

6.3 测定

在上述色谱条件下, 待仪器基线稳定后, 连续注入数针标样溶液, 直至相邻两针的二溴氯丙烷和内标物峰面积比相对变化小于1.5 %时, 按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液顺序进行测定。

7 结果计算

将测得的两次试样溶液及试样前后两次标样溶液中的二溴氯丙烷与内标物峰面积比分别进行平均，试样中二溴氯丙烷的质量分数 ω_1 按式（1）计算：

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

式中：

r_1 ——标样溶液中二溴氯丙烷与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中二溴氯丙烷与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——二溴氯丙烷标准品的质量，单位为克（g）；

m_2 ——试样的质量，单位为克（g）；

ω ——标样中二溴氯丙烷的质量分数，以%表示。

8 允许差

二溴氯丙烷质量分数的两次平行测定结果相对相差应不大于5 %，取其算术平均值作为测定结果。

附 录 A

(资料性附录)

有效成分二溴氯丙烷的其它名称、结构式和基本物化参数

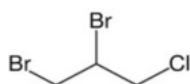
该产品有效成分二溴氯丙烷的其它名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO通用名称：1,2-Dibromo-3-chloropropane

CAS登录号：96-12-8

化学名称：1,2-二溴-3-氯丙烷

结构式：



实验式： $C_3H_5Br_2Cl$

相对分子质量：236.33

生物活性：杀虫

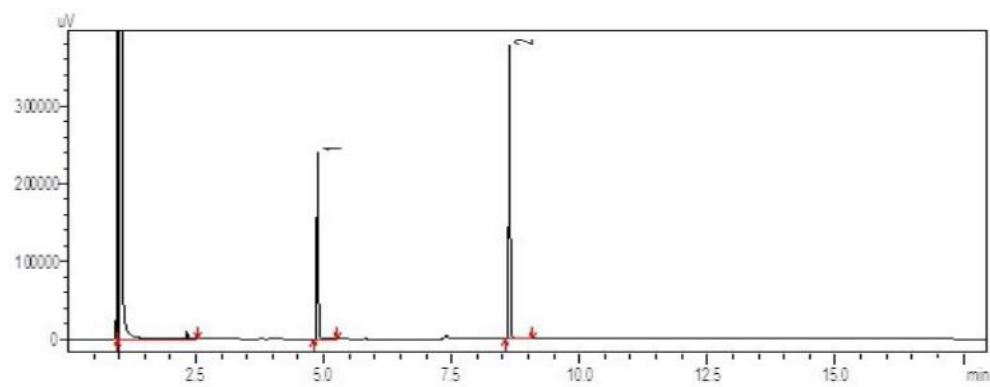
沸点：198.6 °C

蒸气压：20 °C时0.1 kPa

溶解度：微溶于水，与油类、二氯甲烷、异丙醇混溶。

稳定性：避免与强氧化剂接触。

附 录 B
(资料性附录)
二溴氯丙烷典型色谱图



说明：

1——二溴氯丙烷

2——内标物

图B.1 二溴氯丙烷典型色谱图