

六六六有效成分含量的测定方法 气相色谱法

Method for the Determination of Active Content of Hexachlorocyclohexane-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） 有效成分六六六的其它名称、结构式和基本物化参数 3

附录 B（资料性附录） 六六六的典型色谱图 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、张晓婉、张佩佩、段元红、马克娥、高艳、袁敏。

六六六有效成分含量的测定方法 气相色谱法

1 范围

本标准规定了六六六有效成分含量的气相色谱测定方法。

本标准适用于六六六粉剂中有效成分含量的测定。

注：六六六的其它名称、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，对试样中六六六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 六六六标准品，已知六六六质量分数， $\omega \geq 98\%$ 。

3.3 内标物，邻苯二甲酸二戊酯，应不含有干扰色谱分析的杂质。

3.4 内标溶液：称取 0.07 g（精确至 0.0001 g）邻苯二甲酸二戊酯，置于 1000 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 0.0001 g 和 0.00001 g。

4.4 色谱柱，30 m×0.32 mm（内径）×0.25 μm（膜厚），DB-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 气体流量:

载气 (N₂) : 1.5 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: 220 °C;

气化室: 240 °C;

检测器: 250 °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, 对给定操作条件作适当调整, 以获得最佳效果, 典型的六六六气相色谱图参见附录 B, 其中 α-六六六的保留时间约为 12.9 min、β-六六六的保留时间约为 13.4 min、γ-六六六的保留时间约为 13.6 min、δ-六六六的保留时间约为 14.1 min, 内标物的保留时间约为 10.2 min。

6 测定步骤

6.1 标样溶液的配制

称取六六六标准品0.02 g (精确至0.00001 g), 置于10 mL容量瓶中, 用移液管准确移入5 mL内标溶液, 摇匀, 准确移取1.0 mL上述溶液于25 mL容量瓶中, 内标溶液定容, 充分混匀。

6.2 试样溶液的配制

称取约含有0.0008 g六六六的试样 (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移入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, 直至相邻两针的六六六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六六六与内标物峰面积比分别进行平均，试样中六六六的质量分数 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 ——标样溶液中六六六（ $\alpha+\beta+\gamma+\delta$ ）与内标物峰面积比的平均值；
- r_2 ——试样溶液中六六六（ $\alpha+\beta+\gamma+\delta$ ）与内标物峰面积比的平均值；
- m_1 ——六六六标准品的质量，单位为克（g）；
- m_2 ——试样的质量，单位为克（g）；
- ω ——标样中六六六的质量分数，以%表示。

8 允许差

六六六质量分数的两次平行测定结果相对相差应不大于7 %，取其算术平均值作为测定结果。

附 录 A

(资料性附录)

有效成分六六六的其它名称、结构式和基本物化参数

该产品有效成分六六六的其它名称、结构式和基本物化参数如下：

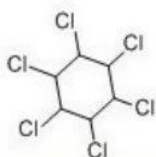
ISO通用名称：Hexachlorocyclohexane

CAS登录名：58-89-9

CIPAC数字代码：4r

化学名称：六氯环己烷

结构式：



实验式： $C_6H_6Cl_6$

相对分子质量：290.82

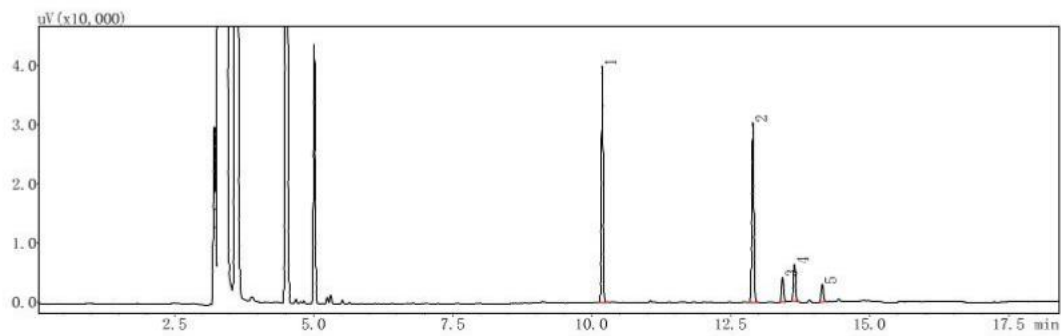
沸点：288℃

蒸气压： α 体： 3.3×10^{-6} kPa； β 体： 3.7×10^{-7} kPa； γ 体： 2.1×10^{-5} kPa； δ 体： 2.3×10^{-6} kPa

溶解度： α 体不溶于水，溶于苯和氯仿； β 体的溶解性同 α 体； γ 体在室温水中的溶解度为10 mg/kg，微溶于石油，溶于丙酮、芳烃和氯代烃

稳定性：在高温和日光下不易分解，对酸稳定而极易被碱破坏

附 录 B
(资料性附录)
六六六的典型色谱图



说明:

- 1——内标物
- 2—— α -六六六
- 3—— β -六六六
- 4—— γ -六六六
- 5—— δ -六六六

图B.1 α -六六六、 β -六六六、 γ -六六六、 δ -六六六典型色谱图