



# 中华人民共和国国家标准

GB 6690—86

---

## 久效磷含量分析方法

Analytical method of content for monocrotophos

1986-08-13 发布

1987-07-01 实施

---

国家标准局 批准

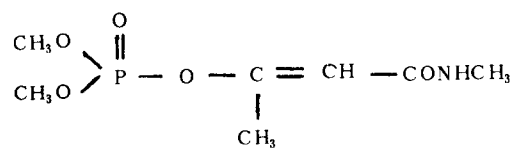
# 久效磷含量分析方法

## Analytical method of content for monocrotophos

本标准适用于久效磷原药、乳油和液剂的有效体含量的测定。

有效成分：O，O-二甲基-O-（2-甲胺甲酰-1-甲基乙烯基）磷酸酯。

结构式：



分子式：C<sub>7</sub>H<sub>14</sub>NO<sub>5</sub>P

分子量：223.17（按1983年国际原子量）

### 1 气-液色谱法

样品用氯仿溶解，以正二十烷（或邻苯二甲酸二丙酯）为内标，使用OV-17/Gas ChromQ为填充物的玻璃柱和氢火焰离子化检测器，对久效磷进行分离和定量。

#### 1.1 仪器

1.1.1 气相色谱仪（氢火焰检测器）：具有玻璃柱、玻璃气化室或柱头进样装置。

1.1.2 记录仪：XWC-100型、5mV（或电子积分仪）。

1.1.3 色谱柱：长2m，内径2.2~4.0mm的硼硅玻璃柱。

1.1.4 填充物：7%OV-17/Gas ChromQ（或相同性能的担体）80~100目。

1.1.5 玻璃棉：经硅烷化处理。

#### 1.2 试剂

如无其他说明，分析中所用的水系蒸馏水，溶剂的纯度皆为分析纯；色谱所用气体符合分析要求。

1.2.1 久效磷标准品：纯度不应低于98.0%；

1.2.2 内标物：正二十烷（或邻苯二甲酸二丙酯），分析纯。

#### 1.3 色谱柱的制备

##### 1.3.1 色谱柱的填充

将一小玻璃漏斗用乳胶管接到洗净、烘干的玻璃柱入口端，柱子的出口端裹以纱布后接到真空泵上。开启真空泵，控制适当的负压，从漏斗中分次加入已制备好的填充物，同时用小木棒不断轻敲柱壁，使填充物在柱内均匀、紧密。取下柱子，在其入口和出口端塞一小团经硅烷化处理的玻璃棉，并适当压紧，以保持填充物不被移动。

##### 1.3.2 色谱柱的老化

将色谱柱入口端与气化室相连，出口端先不接检测器，以20ml/min的载气（氮气）流量，分阶段升温老化，至235℃后，保持至少48h。

##### 1.3.3 色谱柱的钝化

待色谱柱老化完毕，将柱温降至约170℃，用50μl注射器向汽化室内注入三甲基氯硅烷（或其他