



中华人民共和国国家标准

GB 24330—2020
代替 GB 24330—2009

家用卫生杀虫用品安全通用技术条件

General security technical specification for domestic sanitary insecticide

2020-12-24 发布

2022-01-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB 24330—2009《家用卫生杀虫用品安全通用技术条件》，与 GB 24330—2009 相比，除编辑性修改外，主要技术变化如下：

- 修改了标准的规范性引用文件(见第 2 章,2009 年版的第 2 章)；
- 修改了有效成分含量及允许波动范围的要求(见表 1,2009 年版的表 1)；
- 修改了药效的要求(见 4.4,2009 年版的 4.4)；
- 修改了热贮稳定性的要求(见 4.5,2009 年版的 4.5)；
- 修改了电热蚊香液最低持效期的要求(见 4.7,2009 年版的 4.7)；
- 增加了杀虫气雾剂中甲醇含量的要求(见 4.8)；
- 增加了驱避类产品卫生指标的要求(见 4.12)；
- 增加了衣物防蛀剂产品安全要求(见 4.13)；
- 修改了有效成分含量及允许波动范围的试验方法(见 5.3,2009 年版的 5.3)；
- 修改了药效的试验方法(见 5.4,2009 年版的 5.4)；
- 修改了热贮稳定性的试验方法(见 5.5,2009 年版的 5.5)；
- 修改了烟尘量的测试方法(见 5.6,2009 年版的 5.6)；
- 修改了电热蚊香液最低持效期的试验方法(见 5.7,2009 年版的 5.7)；
- 增加了杀虫气雾剂中甲醇含量的测试方法(见 5.9)；
- 修改了杀虫气雾剂净含量的测试方法(见 5.11,2009 年版的 5.10)；
- 增加了驱避类产品卫生指标的测试方法(见 5.13)；
- 增加了衣物防蛀剂产品安全的测试方法(见 5.14)；
- 修改了附录 A、附录 B、附录 C、附录 D 的有效成分含量测试方法；
- 删除了蚊香烟尘量测试方法(2009 年版的附录 E)；
- 增加了对二氯苯、邻二氯苯、间二氯苯含量的测定方法(见附录 E)；
- 增加了衣物防蛀剂萘的测试方法(见附录 F)。

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这些专利的责任。

本标准由中华人民共和国工业和信息化部提出并归口。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB 24330—2009。

家用卫生杀虫用品安全通用技术条件

1 范围

本标准规定了家用卫生杀虫用品类产品有关人身健康、环境保护等方面的安全通用要求及试验方法。

本标准适用于用于家庭防治蚊、蝇、蜚蠊等虫害的卫生杀虫用品。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 13917.1 农药登记用卫生杀虫剂室内药效试验及评价 第1部分:喷射剂
 - GB/T 13917.2 农药登记用卫生杀虫剂室内药效试验及评价 第2部分:气雾剂
 - GB/T 13917.3 农药登记用卫生杀虫剂室内药效试验及评价 第3部分:烟剂及烟片
 - GB/T 13917.4 农药登记用卫生杀虫剂室内药效试验及评价 第4部分:蚊香
 - GB/T 13917.5 农药登记用卫生杀虫剂室内药效试验及评价 第5部分:电热蚊香片
 - GB/T 13917.6 农药登记用卫生杀虫剂室内药效试验及评价 第6部分:电热蚊香液
 - GB/T 13917.7 农药登记用卫生杀虫剂室内药效试验及评价 第7部分:饵剂
 - GB/T 13917.8 农药登记用卫生杀虫剂室内药效试验及评价 第8部分:粉剂、笔剂
 - GB/T 13917.9 农药登记用卫生杀虫剂室内药效试验及评价 第9部分:驱避剂
 - GB/T 28015 家用卫生杀虫用品 烟尘量试验方法
 - NY/T 1151.1—2015 农药登记用卫生杀虫剂室内药效试验及评价 第1部分:防蛀剂
 - QB/T 4147 驱蚊花露水
 - QB/T 4148 家用卫生杀虫用品 杀蟑饵剂
 - QB/T 4149 家用卫生杀虫用品 杀蟑胶饵
 - QB/T 4150 家用卫生杀虫用品 蟑香
- 定量包装商品计量监督管理办法(国家质量监督检验检疫总局令第75号)
- 化妆品安全技术规范(2015版)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

有效成分 active ingredient

具有生物杀虫活性的化学成分。

3.2

药效 efficacy

产品在规定的条件下及规定的时间内,能够达到的驱(灭)蚊虫(包括蝇、蜚蠊、蚂蚁等)效果。

3.3

击倒中时 median knockdown time

KT₅₀

在规定的条件下,50%的试虫被击倒(即仰倒)所需的时间。

3.4

最低持效期 minimum effective period

电热蚊香液与电加热器配套使用时可以达到的最低有效时间。

4 要求

4.1 有效成分使用要求

应按照国家有关部门规定进行登记允许使用的药剂。

4.2 毒理

符合国家有关部门规定的相应剂型的毒理学评价要求。

4.3 有效成分含量及允许波动范围

4.3.1 有效成分含量应在产品包装上明示。

4.3.2 有效成分含量允许波动范围见表 1。

表 1

产品剂型		允许波动范围
蚊香、蟑香、线香、轻质蚊香等烟制剂产品		$-20\%X \sim 40\%X$
电热蚊香液产品		$-10\%X \sim 25\%X$
电热蚊香片及拟除虫菊酯防蛀片剂产品		$-10\%X \sim 35\%X$
其他剂型	$X \leq 1$	$-15\%X \sim 35\%X$
	$1 < X \leq 2.5$	$\pm 25\%X$
	$2.5 < X \leq 10$	$\pm 10\%X$
	$10 < X \leq 25$	$\pm 6\%X$
	$25 < X \leq 50$	$\pm 5\%X$
	$X > 50$	$\pm 2.5^a$
注：X 为明示有效成分含量，分别以 %、mg/片或 g/100 mL 为单位。根据不同剂型的有效成分含量标识进行选择。		
^a 该数值的单位与对应的有效成分含量 X 一致。		

4.4 药效

4.4.1 蚊香、线香

$KT_{50} \leq 8.0 \text{ min.}$

4.4.2 电热蚊香片

$KT_{50} \leq 8.0 \text{ min.}$

4.4.3 电热蚊香液

$KT_{50} \leq 8.0 \text{ min.}$

4.4.4 杀虫气雾剂

杀虫气雾剂药效见表 2。其中,蚊、蝇死亡率时间为 24 h,蜚蠊死亡率时间为 72 h。

表 2

试虫	KT ₅₀ min	死亡率 %
蚊	≤5.0	≥95
蝇	≤5.0	≥95
蜚蠊	≤9.0	≥95
注：产品明示特定昆虫时，仅对明示昆虫进行药效试验。		

4.4.5 喷射剂、烟剂及烟片、饵剂、粉剂、笔剂、驱避类、衣物防蛀剂

4.4.5.1 喷射剂、烟剂及烟片、饵剂、粉剂、笔剂药效见表 3。

表 3

剂型		对象	剂量 mL/m ³	观察时间	KT ₅₀ min	死亡率 %
喷射剂	油基类	蚊	0.714 3	—	≤5.0	≥95.0
		蝇	0.714 3	—	≤6.0	≥95.0
		蜚蠊	7.143	—	≤10.0	≥95.0
	水基和醇基类	蚊	1.43	—	≤10.0	≥95.0
		蝇	1.43	—	≤10.0	≥95.0
		蜚蠊	7.143	—	≤15.0	≥95.0
	乳油	蚊	1.43	—	≤10.0	≥90.0
		蝇	1.43	—	≤10.0	≥90.0
		蜚蠊	7.143	—	≤15.0	≥90.0
烟剂及烟片		蚊	—	—	—	≥95.0
		蝇	—	—	—	≥95.0
		蜚蠊	—	—	—	≥85.0
饵剂		蜚蠊	—	投饵后 12 d	—	≥90.0
		蚂蚁	—	投饵后 7 d	—	≥90.0
		蝇	—	投饵后 24 h	—	≥90.0
粉剂、笔剂		蜚蠊	—	—	—	≥95.0
		蚂蚁	—	—	—	≥95.0
		蚤	—	—	—	≥95.0

4.4.5.2 天然植物驱避类产品有效保护时间≥2.0 h,化学合成驱避类产品有效保护时间≥4.0 h。

4.4.5.3 衣物防蛀剂的药效规定应符合 NY/T 1151.1—2015 的要求。

4.4.6 其他剂型产品

按国家相关标准中的技术要求执行。

4.5 热贮稳定性

产品经热贮稳定性试验后,对二氯苯衣物防蛀剂有效成分含量的降解率 $\leq 5\%$,菊酯类有效成分含量的降解率 $\leq 10\%$,其他类有效成分含量的降解率 $\leq 15\%$ 。

4.6 烟尘量

4.6.1 无烟、微烟的蚊香、线香类产品分类应在产品包装上明示。

4.6.2 烟尘量应符合表 4 的要求。



表 4 单位为毫克每克

产品分类	烟尘量
无烟	≤ 5
微烟	≤ 30

4.7 最低持效期

电热蚊香液应标明最低持效期(以 h 表示),经 5.7 试验后,瓶内药液应与芯棒接触。

4.8 杀虫气雾剂中甲醇含量

甲醇含量 $\leq 2\,000\text{ mg/kg}$ (仅限水基和醇基)。

4.9 杀虫气雾剂内压

杀虫气雾剂内压值 $\leq 1.0\text{ MPa}$ 。

注：50 mL 以下定量阀门的杀虫气雾剂产品不测内压。

4.10 杀虫气雾剂净含量

应明示在罐体上,用容积或质量单位标注。其偏差应符合《定量包装商品计量监督管理办法》中附表 3 相应规定。

4.11 其他剂型产品的净含量

应明示在产品或包装上,用容积或质量单位标注。其偏差应符合《定量包装商品计量监督管理办法》中附表 3 相应规定。

4.12 驱避类产品卫生指标

与人体直接接触的驱避类产品卫生指标见表 5。

表 5 单位为毫克每千克

项目	指标
甲醇	≤2 000
铅	≤10
砷	≤2
汞	≤1
镉	≤5

4.13 衣物防蛀剂产品安全要求

衣物防蛀剂产品中萘不得检出。

5 试验方法

5.1 有效成分使用要求

检查是否有用药的登记证书。

5.2 毒理

提供“农药登记资料规定”中相应剂型的毒理学试验报告。

5.3 有效成分含量及允许波动范围

- 5.3.1 检查产品包装上是否明示有效成分含量。
- 5.3.2 蚊香、电热蚊香片、电热蚊香液、杀虫气雾剂、对二氯苯衣物防蛀剂的有效成分含量分别按附录 A、附录 B、附录 C、附录 D、附录 E 进行测试。
- 5.3.3 其他剂型产品的有效成分含量按 QB/T 4147、QB/T 4148、QB/T 4149、QB/T 4150 或其他相应标准中规定的方法进行测试。

5.4 药效

衣物防蛀剂按 NY/T 1151.1 进行检测,其他剂型产品的药效按 GB/T 13917.1~13917.9 或其他相应标准中规定的方法进行检测,蚊香、线香、电热蚊香片、电热蚊香液和杀虫气雾剂产品的药效检测选用圆筒法。

5.5 热贮稳定性

5.5.1 仪器

- 5.5.1.1 恒温箱(或恒温水浴):(54±2)℃。
- 5.5.1.2 安瓿瓶(或在 54℃下,仍能密封的具塞玻璃瓶):50 mL。
- 5.5.1.3 防爆烘箱:控温(54±2)℃。
- 5.5.1.4 天平:分度值不低于 0.01 g。

5.5.2 蚊香测试步骤

一盒试验样品中取中间的一盘粉碎后,过 0.154 mm(100 目/in)标准分样筛,取其一半放到安瓿瓶

中密封(另一半做有效成分含量测试),然后放置在 $(54\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 的恒温箱内 14 d,取出试样后于 24 h 内按附录 A 进行有效成分含量测试并计算降解率。

5.5.3 电热蚊香片测试步骤

选取位于蚊香片密封袋同一列(蚊香片长边方向)的样品,用于测试热贮前后有效成分含量,将热贮样品(带包装)放置在 $(54\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 的恒温箱内 14 d,取出后于 24 h 内按附录 B 进行有效成分含量测试并计算降解率。

5.5.4 电热蚊香液测试步骤

将一瓶测试样品先取出一部分做有效成分含量,剩余部分放到安瓿瓶中密封,再放置在 $(54\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 的恒温箱内 14 d,取出试样后于 24 h 内按附录 C 进行有效成分含量测试并计算降解率。

5.5.5 杀虫气雾剂测试步骤

试验样品整瓶放置在 $(54\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 的防爆烘箱内 14 d,取出试样后于 24 h 内按附录 D 进行有效成分含量测试并计算降解率。

5.5.6 衣物防蛀剂测试步骤

将拟除虫菊酯衣物防蛀剂试验样品(带包装)放置在 $(54\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 的恒温箱内 14 d,取出试样后于 24 h 内按附录 B 进行有效成分含量测试并计算降解率。

将对二氯苯衣物防蛀剂试验样品整袋放置在 $(54\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 的恒温箱内 14 d,取出试样后于 24 h 内按附录 E 进行有效成分含量测试并计算降解率。

5.5.7 有效成分的降解率

按式(1)进行计算。

$$P = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

P ——降解率, %;

m_1 ——热贮前测出的样品有效成分含量;

m_2 ——热贮后测出的样品有效成分含量。



5.5.8 结果判定

降解率不合格,可在同批抽样产品中进行二次测试。如仍不合格,则该项判定为不合格。

5.5.9 其他剂型产品

按国家相关标准中的试验方法执行。

5.6 烟尘量

烟尘量按 GB/T 28015 的方法进行检测。

5.7 电热蚊香液最低持效期

在温度 $(23\pm 3)^{\circ}\text{C}$ 、相对湿度 $(65\pm 15)\%$ 的条件下,无强对流空气的环境下测试。(测试角)旋开药液瓶盖,连续通电进行试验(药液瓶与配套的电加热器连接),目测直至达到其明示最低持效期时,观察瓶内装有的药液与芯棒是否接触以确保产品高于最低持效期的使用。平行测试至少 3 瓶,取其持效期平均值。

5.8 电热蚊香液净含量

在温度 $(23\pm 3)^{\circ}\text{C}$,相对湿度为 $(65\pm 15)\%$ 条件下,药液倒入量筒或用天平称量,读出测试值(量筒分度值:0.1 mL;天平分度值:0.1 g)。

5.9 杀虫气雾剂中甲醇含量

在试管中直接喷出试样,按《化妆品安全技术规范(2015 版)》第四章 2.22 规定的方法进行测定甲醇含量。

5.10 杀虫气雾剂内压

5.10.1 仪器

5.10.1.1 压力表:量程 0 MPa~1.6 MPa,精度 2.5 级,带专用接头。

5.10.1.2 计时器。

5.10.1.3 恒温水浴锅:控温精度 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

5.10.2 测试步骤

按产品说明的要求正确按压阀门的促动器,排除滞留在阀门和吸管中的空气,然后将试样置于 $(55\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 的水浴中,使水浸至罐身高度的五分之四处,恒温 30 min。戴厚皮手套,取出试样迅速擦干。拔掉阀门的促动器,将压力表进口对准阀杆,用力压紧,待压力表指针稳定后,记下压力表读数。以三次测量的最大值为准。

5.11 杀虫气雾剂净含量

5.11.1 以质量为计量单位的杀虫气雾剂净含量

以整罐产品作为样品,称其质量,记为 m_3 。然后按产品标示的喷射方法喷出内容物,直到喷不出内容物为止,再将气雾剂开罐,将罐体内壁的残留物清洗干净,烘干称其质量,记为 m_4 。按式(2)计算产品的净含量。

$$W_1 = m_3 - m_4 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

W_1 ——以质量为计量单位的杀虫气雾剂净含量,单位为克(g);

m_3 ——整罐样品质量,单位为克(g);

m_4 ——空罐及构件质量,单位为克(g)。

5.11.2 以体积为计量单位的杀虫气雾剂净含量

5.11.2.1 仪器

5.11.2.1.1 带刻度的玻璃气雾剂试管:体积 90 mL,最小分度值 1 mL。

5.11.2.1.2 天平:分度值不低于 0.01 g。

5.11.2.2 试验温度

试验温度为 $(23\pm 3)^{\circ}\text{C}$ 。

5.11.2.3 测试步骤

采用无吸管的阀门装配好玻璃气雾剂试管,将玻璃气雾剂试管擦拭干净,先注入抛射剂约 10 mL,

再将抛射剂喷空,称其质量,记录为 m_5 。

以整罐产品作为样品,称其质量,用于计算其以质量为计量单位的净含量。将样品充分摇匀,通过一截长约 8mm、内径略大于试样阀杆直径的塑料管(可采用气雾剂阀门吸管),将样品和玻璃气雾剂试管的阀杆对接起来。将样品与玻璃气雾剂试管水平放置(见图 1),适当用力挤压,尽可能迅速地将样品内容物注入玻璃气雾剂试管中。如注入的内容物为气相,则将样品与玻璃气雾剂进行旋转,直至转注入的内容物为液相。当注入的内容物约占玻璃气雾剂试管容积的 65%~75%时,停止挤压,取下样品,称取此时玻璃气雾剂的试管质量 m_6 。将玻璃试管气雾剂置于 $(25 \pm 3)^\circ\text{C}$ 的环境中约 45 min,待其中的内容物液面稳定后,读取内容物的体积,记为 V_1 。按照 5.11.1 中方法喷空样品内容物,测定其以质量为计量单位的净含量 m_7 。

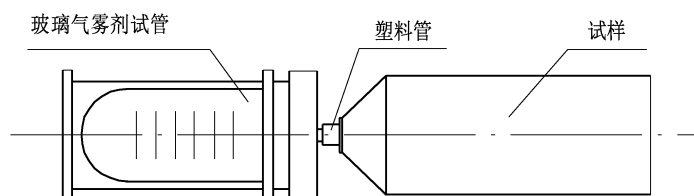


图 1 以体积为计量单位的杀虫气雾剂净含量测定装置

5.11.2.4 结果的计算

按式(3)计算每支试样的净含量。

$$V_2 = \frac{m_7}{m_6 - m_5} \times V_1 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

V_2 ——以体积为计量单位的杀虫气雾剂净含量,单位为毫升(mL);

m_7 ——以质量为计量单位的样品净含量,单位为克(g);

m_6 ——注入样品内容物后的玻璃气雾剂试管的质量,单位为克(g);

m_5 ——待注入样品内容物的玻璃气雾剂试管的质量,单位为克(g);

V_1 ——导入玻璃气雾剂管中的内容物体积,单位为毫升(mL)。

5.11.2.5 结果判定

以体积为计量单位的杀虫气雾剂净含量不合格,可在同批抽样产品中进行二次测试。如仍不合格,则该项判定为不合格。

5.12 其他剂型产品的净含量

5.12.1 以质量为计量单位的其他剂型产品净含量

将试样称其质量,然后去尽内容物,洗净烘干,称取皮重,按式(4)计算净含量。

$$W_2 = m_8 - m_9 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

W_2 ——以质量为计量单位的其他剂型产品净含量,单位为克(g);

m_8 ——毛重,单位为克(g);

m_9 ——皮重,单位为克(g)。

5.12.2 以体积为计量单位的其他剂型产品净含量

药液倒入量筒(量筒分度值为 1 mL)测量,读出测试值。

5.13 驱避类产品卫生指标

驱避类产品的汞含量、砷含量、铅含量、镉含量以及涂抹类的驱避剂产品甲醇含量按《化妆品安全技术规范(2015 版)》中第四章相关的理化检验方法进行测定。

5.14 衣物防蛀剂产品安全要求

按附录 F 的方法进行测定。



附 录 A
(规范性附录)
蚊香有效成分含量测定方法

A.1 鉴别试验

本鉴别试验可与有效成分含量的测定同时进行,在相同的气相色谱操作条件下,样品溶液某一色谱峰的保留时间与标准溶液中有效成分的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

A.2 方法提要

试样经粉碎、提取后,用邻苯二甲酸二丁酯或邻苯二甲酸二戊酯作为内标物,在内涂 SE-54 毛细管柱上进行气相色谱分离和测定。本方法以测定蚊香中 0.08% 氯氟醚菊酯成分为例,含有其他有效成分(如四氟甲醚菊酯、烯丙菊酯、炔丙菊酯等)的蚊香可参照本方法测定。

A.2.1 试剂和材料

A.2.1.1 内标物:邻苯二甲酸二丁酯或邻苯二甲酸二戊酯,不含干扰分析的杂质。

A.2.1.2 溶剂:丙酮(分析纯)。

A.2.1.3 标准样品:氯氟醚菊酯,已知质量分数。

A.2.2 仪器和设备

A.2.2.1 气相色谱仪:具氢火焰离子化检测器。

A.2.2.2 色谱柱: Φ 0.25 mm \times 30 m \times 0.25 μ m,内涂 SE-54 毛细管柱。

A.2.2.3 微量进样器:10 μ L。

A.2.2.4 天平:分度值为 0.1 mg。

A.2.2.5 容量瓶:25 mL、100 mL。

A.2.2.6 磨口三角瓶:50 mL。

A.2.2.7 粉碎机。

A.2.2.8 标准分样筛:0.154 mm(100 目/in)。

A.2.2.9 慢速定性滤纸。

A.2.2.10 移液管。

A.2.2.11 超声振荡器。

A.2.3 气相色谱条件

A.2.3.1 柱温:220 $^{\circ}$ C。

A.2.3.2 汽化温度:260 $^{\circ}$ C。

A.2.3.3 检测器温度:280 $^{\circ}$ C。

A.2.3.4 载气:氮气(N_2),2 mL/min;氢气(H_2),30 mL/min;空气(Air),350 mL/min。

A.2.3.5 分流比:30:1。

A.2.3.6 进样量:1 μ L。

注:上述操作条件系典型操作参数,可根据不同仪器特点,对给定的操作条件做适当调整,以期获得最佳效果。

A.3 内标溶液的制备

称取内标物 0.24 g,精确至 0.000 2 g,于 100 mL 容量瓶中,用丙酮定容,摇匀放入冰箱待用。

A.4 标准品溶液的制备

称取标准品约 0.06 g,精确至 0.000 2 g,置于 25 mL 容量瓶中,以丙酮溶解定容。

A.5 标准溶液的制备

准确移取标准品溶液、内标溶液各 1.0 mL 置于 25 mL 容量瓶中,加入丙酮定容,摇匀,放入冰箱待用。

A.6 样品溶液的制备

由一盒蚊香样品中,抽取中间一盘蚊香粉碎、过标准分样筛。将粉末充分混匀后,以产品明示有效成分含量计算,准确称取 3 g 样品(与 1 mL 标准品溶液中有效成分含量相当),精确至 0.000 2 g。置于 50 mL 磨口三角瓶中,准确移入 1.0 mL 内标溶液,加入丙酮,以浸没样品为宜。静置过夜,并超声振荡约 20 min,静置后过滤,备用。

A.7 测定

在上述色谱操作条件下,待仪器基线稳定后,连续注入数针标准溶液,计算各针相对响应值的重复性,待相邻两针的相对响应值变化小于 1.5% 后,按照标准溶液、样品溶液、样品溶液、标准溶液的顺序进样。

A.8 计算

将测得的两针样品溶液以及样品前后两针标准溶液中有效成分与内标物峰面积之比分别取平均值。样品中有效成分的质量分数 X_i 按式(A.1)计算。

$$X_i = \frac{m_s \times r_i \times \omega}{m_i \times r_s \times 25} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

X_i ——样品中有效成分的质量分数,%;

m_s ——配制标准溶液时称取标准品的质量,单位为克(g);

r_i ——两针样品溶液中,有效成分峰面积与内标物峰面积比的平均值;

ω ——标准品的质量分数,%;

m_i ——配制样品溶液时称取样品的质量,单位为克(g);

r_s ——两针标准溶液中,有效成分峰面积与内标物峰面积比的平均值;

25 ——配制标准溶液时标准品溶液的稀释倍数。

A.9 允许差

本方法两次平行测定结果有效成分含量的相对偏差不应大于 10%，取其算术平均值为测定结果。

A.10 结果判定

有效成分含量不合格，可在同批抽样产品中进行二次测试。如仍不合格，则该项判定为不合格。



附 录 B

(规范性附录)

电热蚊香片/拟除虫菊酯衣物防蛀剂有效成分含量测定方法

B.1 鉴别试验

本鉴别试验可与有效成分含量的测定同时进行,在相同的气相色谱操作条件下,样品溶液某一色谱峰的保留时间与标准溶液中有效成分的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

B.2 方法提要

样品用邻苯二甲酸二丁酯或邻苯二甲酸二戊酯作为内标物,在内涂 SE-54 毛细管柱上进行气相色谱分离和测定。本方法以测定蚊香片中 10 mg/片炔丙菊酯成分为例,含有其他有效成分(如四氟甲醚菊酯、氯氟醚菊酯、炔丙菊酯、右旋烯炔菊酯等)的蚊香片或拟除虫菊酯防蛀剂可参照本方法测定。

B.2.1 试剂和材料

B.2.1.1 内标物:邻苯二甲酸二丁酯或邻苯二甲酸二戊酯,不含干扰杂质。

B.2.1.2 溶剂:丙酮(分析纯)。

B.2.1.3 标准样品:炔丙菊酯,已知质量分数。

B.2.2 仪器和设备

B.2.2.1 气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器。

B.2.2.2 色谱柱: Φ 0.25 mm \times 30 m \times 0.25 μ m,内涂 SE-54 毛细管柱。

B.2.2.3 微量注射器:10 μ L。

B.2.2.4 容量瓶:25 mL、50 mL。

B.2.2.5 天平:分度值为 0.1 mg。

B.2.2.6 移液管。

B.2.2.7 超声振荡器。

B.2.3 气相色谱条件

B.2.3.1 柱温:220 $^{\circ}$ C。

B.2.3.2 汽化温度:260 $^{\circ}$ C。

B.2.3.3 检测器温度:280 $^{\circ}$ C。

B.2.3.4 载气:氮气(N_2),2 mL/min;氢气(H_2),30 mL/min;空气(Air),350 mL/min。

B.2.3.5 分流比:30:1。

B.2.3.6 进样量:1 μ L。

注:上述操作条件系典型操作参数,可根据不同仪器特点,对给定的操作条件做适当调整,以期获得最佳效果。

B.3 内标溶液的制备

称取内标物 0.5 g,精确至 0.000 2 g,于 50 mL 容量瓶中,用丙酮定容,摇匀放入冰箱待用。

B.4 标准品溶液的制备

以产品明示有效成分含量计算,称取 250 mg(相当于产品明示有效成分含量 25 倍)的标准品,精确至 0.000 2 g,置于 25 mL 容量瓶中,以丙酮溶解定容。

B.5 标准溶液的制备

准确移取标准品溶液、内标溶液各 1.0 mL 置于 25 mL 容量瓶中,加入丙酮定容,摇匀,放入冰箱待用。

B.6 样品溶液的制备

取一片样品,将包装去掉,用剪刀剪成条状后剥开,置于 50 mL 磨口三角瓶中,准确加入内标溶液 1.0 mL,加入丙酮以浸没药片为宜,超声振荡约 20 min,静置 12 h 以上过滤,备用。

B.7 测定

在上述色谱操作条件下,待仪器基线稳定后,连续注入数针标准溶液,计算各针相对响应值的重复性,待相邻两针的相对响应值变化小于 1.5% 后,按照标准溶液、样品溶液、样品溶液、标准溶液的顺序进样。

B.8 计算

将测得的两针样品溶液以及试样前后两针标准溶液中有效成分与内标物峰面积之比分别取平均值。试样中有效成分的含量 X_i 按式(B.1)计算。

$$X_i = \frac{m_s \times r_i \times \omega \times 1\,000}{r_s \times 25} \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

X_i ——样品中有效成分的含量,单位为毫克每片(mg/片);

m_s ——配制标准溶液时称取标准品的质量,单位为克(g);

r_i ——两针样品溶液中,有效成分峰面积与内标物峰面积比的平均值;

ω ——标准品的质量分数,%;

r_s ——两针标准溶液中,有效成分峰面积与内标物峰面积比的平均值;

25 ——配制标准溶液时标准品溶液的稀释倍数。

B.9 允许差

本方法两次平行测定结果有效成分含量的相对偏差不应大于 10%,取其算术平均值为测定结果。

B.10 结果判定

有效成分含量不合格,可在同批抽样产品中进行二次测试。如仍不合格,则该项判定为不合格。

附 录 C

(规范性附录)

电热蚊香液有效成分含量测定方法

C.1 鉴别试验

本鉴别试验可与有效成分含量的测定同时进行,在相同的气相色谱操作条件下,样品溶液某一色谱峰的保留时间与标准溶液中有效成分的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

C.2 方法提要

样品用邻苯二甲酸二丁酯或邻苯二甲酸二戊酯作为内标物,在内涂 SE-54 毛细管柱上进行气相色谱分离和测定。本方法以测定蚊香液中 0.6% 氯氟醚菊酯成分为例,含有其他有效成分(如四氟甲醚菊酯、烯丙菊酯、炔丙菊酯等)的蚊香液参照本方法测定。

C.2.1 试剂和材料

C.2.1.1 内标物:邻苯二甲酸二丁酯或邻苯二甲酸二戊酯,不含干扰杂质。

C.2.1.2 溶剂:丙酮(分析纯)。

C.2.1.3 标准样品:氯氟醚菊酯,已知质量分数。

C.2.2 仪器和设备

C.2.2.1 气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器。

C.2.2.2 色谱柱: Φ 0.25 mm \times 30 m \times 0.25 μ m,内涂 SE-54 毛细管柱。

C.2.2.3 微量注射器:10 μ L。

C.2.2.4 容量瓶:25 mL、50 mL、100 mL。

C.2.2.5 天平:分度值为 0.1 mg。

C.2.2.6 移液管。

C.2.3 气相色谱条件

C.2.3.1 柱温:220 $^{\circ}$ C。

C.2.3.2 汽化温度:260 $^{\circ}$ C。

C.2.3.3 检测器温度:280 $^{\circ}$ C。

C.2.3.4 载气:氮气(N_2),2 mL/min;氢气(H_2),30 mL/min;空气(Air),350 mL/min。

C.2.3.5 分流比:30:1。

C.2.3.6 进样量:1 μ L。

注:上述操作条件系典型操作参数,可根据不同仪器特点,对给定的操作条件做适当调整,以期获得最佳效果。

C.3 内标溶液的制备

称取内标物 0.24 g,精确至 0.000 2 g,于 100 mL 容量瓶中,用丙酮定容,摇匀放入冰箱备用。

C.4 标准品溶液的制备

称取标准品约 0.12 g,精确至 0.000 2 g,置于 50 mL 容量瓶中,以丙酮溶解定容、备用。

C.5 标准溶液的制备

准确移取标准品溶液、内标溶液各 1.0 mL 置于 25 mL 容量瓶中,加入丙酮定容,摇匀,放入冰箱备用。

C.6 样品溶液的制备

以产品明示有效成分含量计算,准确称取 0.4 g 样品(与 1 mL 标准品溶液中有效成分含量相当),精确至 0.000 2 g,置于 25 mL 容量瓶中,准确移入 1.0 mL 内标溶液,用丙酮定容至刻度,闭塞摇匀,备用。

C.7 测定

在上述色谱操作条件下,待仪器基线稳定后,连续注入数针标准溶液,计算各针相对响应值的重复性,待相邻两针的相对响应值变化小于 1.5% 后,按照标准溶液、样品溶液、样品溶液、标准溶液的顺序进样。

C.8 计算

将测得的两针样品溶液以及试样前后两针标准溶液中有效成分与内标物峰面积之比分别取平均值。试样中有效成分的质量分数 X_i 按式(C.1)计算。

$$X_i = \frac{m_s \times r_i \times \omega}{m_i \times r_s \times 50} \dots\dots\dots (C.1)$$

式中:

X_i ——样品中有效成分的质量分数,%;

m_s ——配制标准溶液时称取标准品的质量,单位为克(g);

r_i ——两针样品溶液中,有效成分峰面积与内标物峰面积比的平均值;

ω ——标准品的质量分数,%;

m_i ——配制样品溶液时称取试样的质量,单位为克(g);

r_s ——两针标准溶液中,有效成分峰面积与内标物峰面积比的平均值;

50 ——配制标准溶液时标准品溶液的稀释倍数。

C.9 允许差

本方法两次平行测定结果有效成分质量分数的相对偏差不应大于 10%,取其算术平均值为测定结果。

C.10 结果判定

有效成分含量不合格,可在同批抽样产品中进行二次测试。如仍不合格,则该项判定为不合格。

附 录 D (规范性附录)

杀虫气雾剂有效成分含量测定方法

D.1 鉴别试验

本鉴别试验可与有效成分含量的测定同时进行,在相同的气相色谱操作条件下,样品溶液某一色谱峰的保留时间与标准溶液中有效成分的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

D.2 方法提要

样品用邻苯二甲酸二戊酯或邻苯二甲酸二辛酯作为内标物,在内涂 SE-54 毛细管柱上进行气相色谱分离和测定。本方法以测定杀虫气雾剂中 0.1% 氯菊酯成分为例,含有其他有效成分(如烯丙菊酯、炔丙菊酯、胺菊酯、苯醚氰菊酯、氯氰菊酯等)的杀虫气雾剂参照本方法测定。

D.2.1 试剂和材料

D.2.1.1 内标物:邻苯二甲酸二戊酯或邻苯二甲酸二辛酯,不含干扰杂质。

D.2.1.2 溶剂:丙酮或无水乙醇(分析纯)。

D.2.1.3 标准样品:氯菊酯,已知质量分数。

D.2.2 仪器和设备

D.2.2.1 气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器。

D.2.2.2 色谱柱: Φ 0.25 mm \times 30 m \times 0.25 μ m,内涂 SE-54 毛细管柱。

D.2.2.3 微量注射器:10 μ L。

D.2.2.4 容量瓶:25 mL、50 mL。

D.2.2.5 天平:分度值为 0.1 mg。

D.2.2.6 移液管。

D.2.3 气相色谱条件

D.2.3.1 柱温起始温度 220 $^{\circ}$ C,保留时间 13 min;终止温度 260 $^{\circ}$ C,保留时间 20 min;升温速率 20 $^{\circ}$ C/min。

D.2.3.2 汽化温度:270 $^{\circ}$ C。

D.2.3.3 检测器温度:270 $^{\circ}$ C。

D.2.3.4 载气:氮气(N_2),2 mL/min;氢气(H_2),30 mL/min;空气(Air),350 mL/min。

D.2.3.5 分流比:30:1。

D.2.3.6 进样量:1 μ L。

注:上述操作条件系典型操作参数,可根据不同仪器特点,对给定的操作条件做适当调整,以期获得最佳效果。

D.3 内标溶液的制备

称取内标物 0.5 g,精确至 0.000 2 g,置于 50 mL 容量瓶中,用丙酮定容,摇匀放入冰箱待用。

D.4 标准品溶液的制备

称取标准品约 0.25 g,精确至 0.000 2 g,置于 25 mL 容量瓶中,以丙酮溶解定容,备用。

D.5 标准溶液的制备

准确移取标准品溶液、内标溶液各 1.0 mL 置于 25 mL 容量瓶中,加入丙酮或无水乙醇定容,摇匀,为标准溶液,放入冰箱备用。

D.6 样品溶液的制备

D.6.1 样品的预处理

D.6.1.1 开罐法

取一罐试样,称其质量为 w_1 (准确至 0.01 g),将其置于约 $-15\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的冰箱中 30 min。取出放入通风柜中并在罐顶部位开一直径约 0.2 mm 的小孔,在室温下放置 30 min 后,将罐顶开孔扩大。在 $45\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的水浴中放置 2 h,使料液中残余的抛射剂充分挥发。称其质量 w_2 以及倒净料液后空罐及构件的质量 w_3 (均准确至 0.01 g)。

D.6.1.2 直喷法(本法适用于均相杀虫气雾剂产品)

取一罐试样充分摇匀,预喷数次,通过导管(导管的一头浸入丙酮中),缓慢地喷入约 10 g 料液,于装有约 10 mL 丙酮的 50 mL 容量瓶中,用减重法得出喷入料液的质量,计为 m_i (精确至 0.002 g),备用。

D.6.2 样品溶液的制备

D.6.2.1 均相样品溶液的制备

D.6.2.1.1 适用于按 D.6.1.1 预处理。在一支 25 mL 容量瓶中,准确称取经 D.6.1.1 预处理的气雾剂料液 5 g,准确加入内标溶液 1.0 mL,加入适量的丙酮,闭塞摇匀,为样品溶液。

D.6.2.1.2 适用于按 D.6.1.2 预处理。在经 D.6.1.2 预处理的 50 mL 容量瓶中,准确加入内标溶液 1.0 mL,加入适量的丙酮,闭塞摇匀,为样品溶液。

D.6.2.2 非均相样品溶液的制备

适用于按 D.6.1.1 预处理的水基等非均相样品。在一支 50 mL 容量瓶中,准确称取经 D.6.1.1 预处理的气雾剂料液 5g,准确加入内标溶液 1.0 mL,加入丙酮约 2 mL,顺时针摇晃数周,再加入石油醚约 10 mL,置于磁力搅拌器充分振荡约 30 min,将料液转移入离心管,离心 10 min,吸取上层料液置于 25 mL 容量瓶中,用丙酮定容至刻度,为样品溶液。

D.7 测定

在上述色谱操作条件下,待仪器基线稳定后,连续注入数针标准溶液,计算各针相对响应值的重复性,待相邻两针的相对响应值变化小于 1.5% 后,按照标准溶液、样品溶液、样品溶液、标准溶液的顺序进样。

D.8 计算

如样品按 D.6.1.1 进行预处理,将测得的两针样品溶液以及试样前后两针标准溶液中有效成分与内标物峰面积之比分别取平均值。则样品试样中有效成分的质量分数 X_i 按式(D.1)计算。

$$X_i = \frac{m_s \times r_i \times \omega \times (\omega_2 - \omega_3)}{m_i \times r_s \times 25 \times (\omega_1 - \omega_3)} \quad \dots\dots\dots (D.1)$$

式中:

- X_i ——样品中有效成分的质量分数, %;
- m_s ——配制标准溶液时称取标准品的质量,单位为克(g);
- r_i ——两针样品溶液中,有效成分峰面积与内标物峰面积比的平均值;
- ω ——标准品的质量分数, %;
- ω_2 ——药液和空罐及构件的质量,单位为克(g);
- ω_3 ——清除药液后空罐及构件的质量,单位为克(g);
- m_i ——配制样品溶液时称取样品的质量,单位为克(g);
- r_s ——两针标准溶液中,有效成分峰面积与内标物峰面积比的平均值;
- 25 ——配制标准溶液时标准品溶液的稀释倍数;
- ω_1 ——整罐气雾剂样品质量,单位为克(g)。

如样品按 D.6.1.2 进行预处理,将测得的两针样品溶液以及试样前后两针标准溶液中有效成分与内标物峰面积之比分别取平均值。则样品试样中有效成分的质量分数 X_i 按式(D.2)计算。

$$X_i = \frac{m_s \times r_i \times \omega}{m_i \times r_s \times 25} \quad \dots\dots\dots (D.2)$$

D.9 允许差

本方法两次平行测定结果有效成分质量分数的相对偏差不应大于 10%,取其算术平均值为测定结果。

D.10 结果判定

有效成分含量不合格,可在同批抽样产品中进行二次测试。如仍不合格,则该项判定为不合格。

附录 E

(规范性附录)

对二氯苯、邻二氯苯、间二氯苯含量的测定方法

E.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以正十二烷为内标物,使用内涂 DB-5 的毛细管气相色谱柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的对二氯苯、邻二氯苯、间二氯苯进行气相色谱分离和定量。

注:本方法不适用的产品,按厂家提供的分析方法进行测定。

E.2 仪器和试剂

E.2.1 试剂和材料

E.2.1.1 丙酮:分析纯(不含干扰杂质)。

E.2.1.2 标准物质:对二氯苯、邻二氯苯、间二氯苯,质量分数 $\geq 99.5\%$ 。

E.2.1.3 内标物:正十二烷(不含干扰杂质)。

E.2.2 仪器和设备

E.2.2.1 气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器。

E.2.2.2 色谱柱: Φ 0.25 mm \times 30 m \times 0.25 μ m,中等极性,如 DB-5。

E.2.2.3 微量注射器:10 μ L。

E.2.2.4 天平:分度值为 0.1 mg。

E.2.2.5 磨口三角瓶,25 mL、250 mL。

E.2.2.6 容量瓶:100 mL、250 mL。

E.3 气相色谱条件

E.3.1 柱温:50 $^{\circ}$ C 开始保持 5 min,以 5 $^{\circ}$ C/min 升至 100 $^{\circ}$ C,再以 10 $^{\circ}$ C/min 升至 150 $^{\circ}$ C 保持 5 min。

E.3.2 汽化温度:250 $^{\circ}$ C。

E.3.3 检测器温度:250 $^{\circ}$ C。

E.3.4 载气:氮气(N_2),2 mL/min。

E.3.5 分流比:30:1。

E.3.6 进样量:1 μ L。

注:上述操作条件系典型操作参数,可根据不同仪器特点,对给定的操作条件做适当调整,以期获得最佳效果。

E.4 溶液的制备

E.4.1 内标溶液的制备

称取正十二烷 1.5 g(精确至 0.000 2 g),置于 250 mL 容量瓶中,用丙酮溶解并定容,摇匀备用。

E.4.2 标准溶液的制备

E.4.2.1 对二氯苯标准溶液的制备

称取对二氯苯标准物质 0.1 g(精确至 0.000 2 g),置于 25 mL 磨口三角瓶中,加入 10 mL 内标物溶液,盖上塞子,摇匀备用。

E.4.2.2 邻、间二氯苯标准溶液的制备

称取邻二氯苯、间二氯苯标准物质各 0.1 g(精确至 0.000 2 g),置于 25 mL 磨口三角瓶中,加入 10 mL 内标物溶液,盖上塞子,摇匀。取上述溶液 1 mL,用丙酮稀释至 100 mL,摇匀备用。

E.4.3 样品溶液的制备

E.4.3.1 对二氯苯测定的样品制备

称取 0.1 g(准确至 0.000 2 g)样品,置于 25 mL 磨口三角瓶中,加入 10 mL 内标物溶液,盖上塞子,摇匀备用。

E.4.3.2 邻、间二氯苯测定的样品制备

称取 10.0 g(准确至 0.000 2 g)样品,置于 250 mL 磨口三角瓶中,加入 1 mL 内标物溶液,用丙酮稀释至 100 mL,溶解,盖上塞子,摇匀备用。

E.5 测定

在 E.3 色谱条件下待仪器稳定后,连续用微量注射器注入标准溶液,直至相邻两针标准物质与内标物的峰面积比变化小于 1.0%时,按标准溶液、样品溶液、样品溶液、标准溶液的顺序进样分析。

E.6 计算

将求得的两针样品溶液以及样品溶液前后两针标准溶液中对二氯苯或邻二氯苯、间二氯苯与内标物峰的峰面积比分别取平均值。按式(E.1)计算试样中对二氯苯或邻二氯苯、间二氯苯的质量分数 M_x 。

$$M_x = \frac{r_i \times m_s \times \omega}{r_s \times m_i} \dots\dots\dots (E.1)$$

式中:

M_x ——对二氯苯或邻二氯苯、间二氯苯的质量分数,%;

r_i ——样品溶液中对二氯苯或邻二氯苯、间二氯苯与内标物峰面积比的平均值;

m_s ——标准溶液中对二氯苯或邻二氯苯、间二氯苯标准物质的质量,单位为克(g);

ω ——标准物质的质量分数,%;

r_s ——标准溶液中对二氯苯或邻二氯苯、间二氯苯与内标物峰面积比的平均值;

m_i ——样品的质量,单位为克(g)。

E.7 允许差

两次平行测定结果之差,应不大于 1.0%,取其算术平均值作为测定结果。

E.8 结果判定

测定结果不合格,可在同批抽样产品中进行二次测试。如仍不合格,则该项判定为不合格。

附 录 F
(规范性附录)
衣物防蛀剂中萘的测试方法

F.1 方法提要

将样品研碎,用丙酮溶解,使用内涂二甲基聚硅氧烷的毛细管气相色谱柱,气相色谱仪-质谱连用,对试样中的萘进行分离和定性。本方法检出限为 0.5%。

F.2 仪器和试剂

F.2.1 仪器和设备

F.2.1.1 气相色谱仪-质谱联用仪(GC-MS):配有 EI 源。

F.2.1.2 微量注射器:10 μ L。

F.2.1.3 天平:分度值为 0.1 mg。

F.2.1.4 具塞比色管:10 mL。

F.2.1.5 研钵。

F.2.2 试剂和材料

F.2.2.1 标准物质:萘,质量分数 $\geq 99.5\%$ 。

F.2.2.2 丙酮:分析纯(不含干扰杂质)。

F.3 气相色谱条件

F.3.1 毛细管色谱柱:DB-5MS,30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μ m,或相当者。

F.3.2 柱温:初温 40 $^{\circ}$ C,保留 5 min;以 15 $^{\circ}$ C/min 程序升温至 80 $^{\circ}$ C,保持 3 min。

F.3.3 进样口温度:200 $^{\circ}$ C。

F.3.4 GC-MS 接口温度:250 $^{\circ}$ C。

F.3.5 离子源:电子离子源(EI),250 $^{\circ}$ C。

F.3.6 质量分析器:四级杆质量分析器。

F.3.7 载气:氦气(He),1 mL/min,恒流方式。

F.3.8 进样方式:分流进样,分流比:30:1。

F.3.9 电离能量:70 eV。

F.3.10 测定方式:选择离子(SIM)定性,选择离子(m/z):128,129,127,51。

注:上述操作条件系典型操作参数,可根据不同仪器特点,对给定的操作条件做适当调整,以期获得最佳效果。

F.4 标准溶液的制备

称取萘标准物质约 0.05 g,置于 10 mL 具塞比色管中,加入 10 mL 丙酮,盖上塞子,摇动至完全溶解,备用。

F.5 样品溶液的制备

称取用研钵研碎的样品约 0.05 g,置于 10 mL 具塞比色管中,加入 10 mL 丙酮,盖上塞子,摇动至样品完全溶解,备用。

F.6 测定分析

在 F.3 气相色谱-质谱条件下待仪器稳定后,进样分析。若样品溶液与标准溶液的选择离子色谱图中,在相同保留时间有色谱峰出现,可用离子模式同时扫描。根据产生的两组离子对之间的丰度比,进行确定。在相同试验条件下,样品中待测物与同时检测的标准物质的保留时间,其相差在 1.5%之内,且组分定性离子相对丰度与标准工作溶液中定性离子的相对丰度,其允许偏差符合表 F.1 要求,可判定为样品中存在对应待测物。

表 F.1 定性离子丰度比与标准物质离子丰度比的允许偏差范围

相对离子丰度/%	允许的相对偏差/%
>50	±10
>20~50	±15
>10~20	±20
≤10	±50