



中华人民共和国国家标准

GB/T 39672—2020
代替 GB/T 20699—2006, GB/T 20700—2006

代 森 锰 锌

Mancozeb

2020-12-14 发布

2021-07-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

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/T 20699—2006《代森锰锌原药》和 GB/T 20700—2006《代森锰锌可湿性粉剂》，与 GB/T 20699—2006、GB/T 20700—2006 相比，除编辑性修改外，主要技术变化如下：

- 修改了代森锰锌原药中代森锰锌质量分数指标，由不低于 88.0% 修改为不低于 85.0%（见 3.2，2006 年版的 3.2）；
- 修改了代森锰锌可湿性粉剂中悬浮率指标，由不低于 60% 修改为不低于 70%（见 3.2，2006 年版的 3.2）；
- 修改了代森锰锌可湿性粉剂中润湿时间指标，由不高于 60 s 修改为不高于 90 s（见 3.2，2006 年版的 3.2）；
- 增加了砷控制项目指标和试验方法（见 3.2 和 4.7）；
- 增加了持久起泡性控制项目指标和试验方法（见 3.2 和 4.14）；
- 增加了代森锰锌质量分数测定液相色谱法（见 4.3.1）；
- 增加了锰、锌质量分数测定原子吸收法（见 4.6）；
- 增加了水分测定卤素水分测定仪方法（见 4.9.2）。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会(SAC/TC 133)归口。

本标准主要起草单位：利民化学有限责任公司、陕西汤普森生物科技有限公司、安徽天成基农业科学研究院有限责任公司、江西正邦作物保护有限公司、沈阳化工研究院有限公司。

本标准主要起草人：马亚光、许梅、王信然、樊小龙、储大勇、吕渊文、谷兵、雷澍瑛、陈碧云。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 20699—2006；
- GB/T 20700—2006。

代 森 锰 锌

1 范围

本标准规定了代森锰锌原药、可湿性粉剂的技术要求、试验方法、验收和质量保证期,以及标志、标签、包装和储运。

本标准适用于代森锰锌原药、代森锰锌可湿性粉剂产品的质量控制。

注:代森锰锌、乙撑硫脲的其他名称、结构式和基本物化参数参见附录 A。

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 1600—2001 农药水分测定方法
- GB/T 1601 农药 pH 值的测定方法
- GB/T 1604 商品农药验收规则
- GB/T 1605—2001 商品农药采样方法
- GB 3796 农药包装通则
- GB/T 5451 农药可湿性粉剂润湿性测定方法
- GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 14825—2006 农药悬浮率测定方法
- GB/T 16150—1995 农药粉剂、可湿性粉剂细度测定方法
- GB/T 19136—2003 农药热贮稳定性测定方法
- GB/T 28137 农药持久起泡性测定方法



3 技术要求

3.1 外观

代森锰锌原药应为淡黄色或灰黄色粉末。
代森锰锌可湿性粉剂应为均匀疏松粉末,不应有团块。

3.2 技术指标

代森锰锌原药控制项目指标应符合表 1 要求,代森锰锌可湿性粉剂控制项目指标应符合表 2 要求。

表 1 代森锰锌原药控制项目指标

项 目	指 标
代森锰锌质量分数 %	≥ 85.0
锰质量分数 ^a %	≥ 17.0
锌质量分数 %	≥ 2.1
砷质量分数 ^a $\mu\text{g/g}$	≤ 20
乙撑硫脲(ETU) ^a 质量分数 %	≤ 0.2
水分 %	≤ 1.5
^a 正常生产时,锰质量分数、锌质量分数、砷质量分数、ETU 质量分数每 3 个月应至少检验一次。	

表 2 代森锰锌可湿性粉剂控制项目指标

项 目	指 标		
	50%	70%	80%
代森锰锌质量分数 %	$(50.0^{+3.5}_{-2.5})$	$(70.0^{+3.5}_{-2.5})$	$(80.0^{+3.5}_{-2.5})$
锰质量分数 ^a %	≥ 10.0	≥ 14.0	≥ 16.0
锌质量分数 ^a %	≥ 1.2	≥ 1.8	≥ 2.0
砷质量分数 ^a $\mu\text{g/g}$	≤ 20		
乙撑硫脲(ETU) ^a 质量分数 %	≤ 0.3	≤ 0.4	≤ 0.4
水分 %	≤ 3.0		
pH 值	6.0~9.0		
悬浮率 %	≥ 70		
润湿时间 s	≤ 90		

表 2（续）

项 目	指 标		
	50%	70%	80%
湿筛试验(通过 75 μm 标准筛) %	≥98		
持久起泡性(1 min 后泡沫量) mL	≤40		
热储稳定性 ^a	合格		
^a 正常生产时,锰质量分数、锌质量分数、砷质量分数、ETU 质量分数和热储稳定性试验每 3 个月应至少检测一次。			

4 试验方法

警示——使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准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,并保证符合国家有关法规的规定。

4.1 一般规定

本标准所用试剂和水在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 进行。

4.2 抽样

原药按 GB/T 1605—2001 中 5.3.1 进行,可湿性粉剂按 GB/T 1605—2001 中 5.3.3 进行。用随机数表法确定抽样的包装件数。最终抽样量:代森锰锌原药应不少于 100 g,代森锰锌可湿性粉剂应不少于 200 g。

4.3 鉴别试验

4.3.1 液相色谱法

本鉴别试验可与代森锰锌质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中主色谱峰保留时间与标样溶液中代森锰锌衍生物保留时间的相对差值应不大于 1.5%。

4.3.2 双硫腙比色法

4.3.2.1 试剂和仪器

4.3.2.1.1 三氯甲烷。

4.3.2.1.2 冰乙酸。

4.3.2.1.3 双硫腙:已知质量分数 $w_{\text{双硫腙}} \geq 99.0\%$ 。

4.3.2.1.4 双硫腙三氯甲烷溶液:质量分数 $w_{\text{双硫腙}} = 1 \text{ g/kg}$ 。

4.3.2.1.5 双硫腙冰乙酸溶液:取双硫腙三氯甲烷溶液 2 mL,加入冰乙酸 0.25 mL,用三氯甲烷稀释至 10 mL,摇匀。

4.3.2.1.6 定性滤纸。

4.3.2.1.7 毛细管。

4.3.2.2 测定步骤

试验一：称取试样约 0.5 g，加入 2 mL～3 mL 蒸馏水，搅拌，使试样分散均匀。用毛细管将制备好的试样点滴到滤纸上，滴成粉点，放置使其自然晾干。

用毛细管吸取双硫脲冰乙酸溶液，滴至粉点上，粉点中心显现黄色，四周显现粉红色。

试验二：称取试样约 0.5 g，加入 2 mL～3 mL 三氯甲烷，搅拌，使试样分散均匀。用毛细管将制备好的试样点滴到滤纸上，滴成粉点，放置使其自然晾干。

用毛细管吸取双硫脲三氯甲烷溶液，滴至粉点上，粉点中心显现黄色，然后迅速变为亮紫色。

如试验结果同时满足试验一和试验二，便可确认该试样为代森锰锌。

4.4 外观的测定

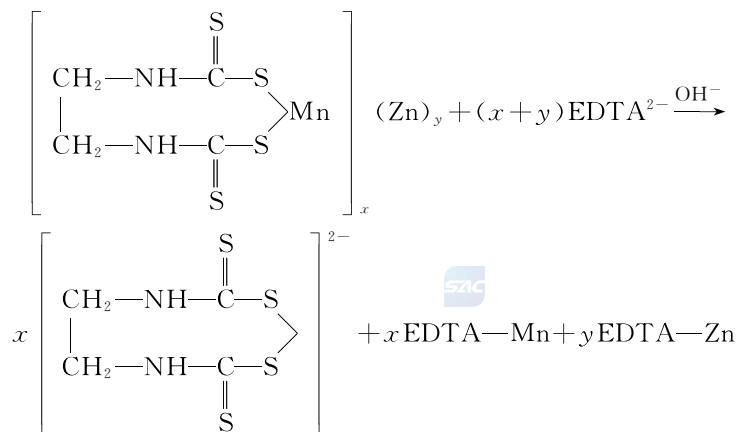
采用目测法测定。

4.5 代森锰锌质量分数的测定

4.5.1 方法提要

代森锰锌中的锰离子和锌离子与螯合剂乙二胺四乙醇二钠(EDTA)在碱性条件下形成络合物和水溶性的乙撑双硫代氨基甲酸负离子(简称代森锰锌衍生物)。该物质在波长 282 nm 采用反相高效液相色谱进行分离和测定。代森锰锌质量分数测定也可采用化学法，具体分析方法参见附录 B 中 B.1。

代森锰锌衍生化过程反应方程式如下：



4.5.2 试剂和溶液

4.5.2.1 甲醇：色谱纯。

4.5.2.2 四丁基硫酸氢铵。

4.5.2.3 乙二胺四乙酸二钠。

4.5.2.4 磷酸氢二钠。

4.5.2.5 亚硫酸钠。

4.5.2.6 氢氧化钠。

4.5.2.7 氢氧化钠溶液：质量浓度 $\rho_{\text{NaOH}} = 50 \text{ g/L}$ 。

4.5.2.8 水：新蒸二次蒸馏水。

4.5.2.9 代森锰锌标样：已知质量分数 $w \geq 86.0\%$ 。

4.5.2.10 缓冲溶液 A:分别称取四丁基硫酸氢铵 3.40 g、乙二胺四乙酸二钠 3.72 g、磷酸氢二钠 1.42 g,溶于 1 000 mL 水中,用氢氧化钠溶液调 pH=10,超声混匀后用滤膜过滤后,备用。

4.5.2.11 缓冲溶液 B:分别称取乙二胺四乙酸二钠 7.44 g、磷酸氢二钠 1.42 g,溶于 1 000 mL 水中,用氢氧化钠溶液调 pH=11,再加入 3 g 亚硫酸钠,溶解混合均匀后放置冰箱中(至少 50 min),备用。

4.5.3 仪器

4.5.3.1 高效液相色谱仪:具有可变波长紫外检测器。

4.5.3.2 色谱数据处理机或色谱工作站。

4.5.3.3 色谱柱:150 mm×4.6 mm(内径)不锈钢柱,内装 C_{18} 、5 μm 填充物(或具等效效果的色谱柱)。

4.5.3.4 过滤器:滤膜孔径约为 0.45 μm 。

4.5.3.5 微量进样器:50 μL 。

4.5.3.6 定量进样管:5 μL 。

4.5.3.7 超声波清洗器。

4.5.4 高效液相色谱操作条件

4.5.4.1 流动相:体积比 $\phi_{\text{甲醇:缓冲溶液A}}=30:70$,经滤膜过滤,并进行脱气。

4.5.4.2 流速:1.0 mL/min。

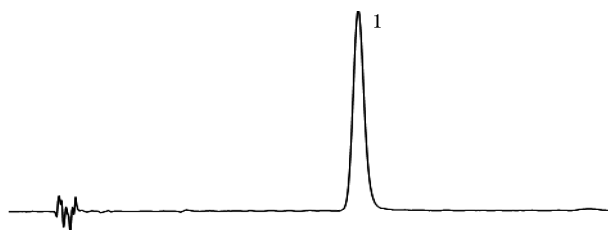
4.5.4.3 柱温:室温(温度变化应不大于 2 $^{\circ}\text{C}$)。

4.5.4.4 检测波长:282 nm。

4.5.4.5 进样体积:5 μL 。

4.5.4.6 保留时间:代森锰锌衍生物约为 7.5 min。

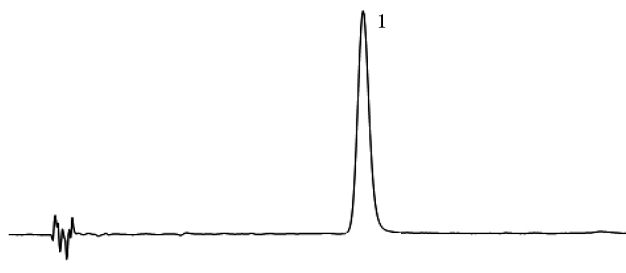
4.5.4.7 上述操作参数是典型的,可根据不同仪器特点,对给定的操作参数做适当调整,以期获得最佳效果。典型的衍生化后的代森锰锌原药和可湿性粉剂高效液相色谱图分别见图 1 和图 2。



说明:

1——代森锰锌衍生物。

图 1 衍生化后的代森锰锌原药高效液相色谱图



说明:

1——代森锰锌衍生物。

图 2 衍生化后的代森锰锌可湿性粉剂高效液相色谱图

4.5.5 测定步骤

4.5.5.1 标样溶液的制备

称取 0.04 g(精确至 0.000 1 g)代森锰锌标样于 100 mL 容量瓶中,振摇下加入 80 mL 缓冲溶液 B。在超声波(超声波振荡器中加冰块,使超声温度不高于 20 ℃)中振荡 5 min,用缓冲溶液 B 定容至刻度,摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 于 50 mL 容量瓶中,用缓冲溶液 B 稀释至刻度,摇匀,用滤膜过滤备用。(该溶液在低温下存放,温度应不高于 20 ℃)。

4.5.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.035 g(精确至 0.000 1 g)代森锰锌的试样于 100 mL 容量瓶中,振摇下加入 80 mL 缓冲溶液 B。在超声波(超声波振荡器中加冰块,使超声温度不高于 20 ℃)中振荡 5 min,用缓冲溶液 B 定容至刻度,摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 于 50 mL 容量瓶中,用缓冲溶液 B 稀释至刻度,摇匀,用滤膜过滤备用。(该溶液在低温下存放,温度应不高于 20 ℃)。

4.5.5.3 测定

在上述操作条件下,待仪器稳定后,连续注入数针标样溶液,直至相邻两针代森锰锌衍生物峰面积相对变化小于 1.5%后,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。

4.5.6 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代森锰锌衍生物峰面积分别进行平均。试样中代森锰锌的质量分数按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times w_{b1}}{A_1 \times m_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

w_1 ——代森锰锌的质量分数,以百分数(%)表示;

A_2 ——试样溶液中,代森锰锌衍生物峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量,单位为克(g);

w_{b1} ——代森锰锌标样的质量分数,以百分数(%)表示;

A_1 ——标样溶液中,代森锰锌衍生物峰面积的平均值;

m_2 ——试样的质量,单位为克(g)。

4.5.7 允差

两次平行测定结果之差:代森锰锌原药应不大于 1.5%,80%代森锰锌可湿性粉剂应不大于 1.2%,70%代森锰锌可湿性粉剂应不大于 1.0%,50%代森锰锌可湿性粉剂应不大于 0.7%,分别取其算术平均值作为测定结果。

4.6 锰、锌质量分数的测定

4.6.1 方法提要

试样经乙二胺四乙酸二钠溶液溶解,导入原子吸收光谱仪中,火焰原子化后,测定锰(锌)特征吸收光谱下的吸光度,用锰、锌标准溶液测定的工作曲线定量。锰、锌质量分数测定也可采用化学法,具体分析方法参见 B.2 和 B.3。

4.6.2 试剂和溶液

4.6.2.1 乙二胺四乙酸二钠。

4.6.2.2 乙二胺四乙酸二钠溶液：称取乙二胺四乙酸二钠 7.44 g，溶于 1 000 mL 水中。

4.6.2.3 锰标准溶液：质量浓度 $\rho_{\text{Mn}} = 1\,000\ \mu\text{g/mL}$ 。冷藏保存。

4.6.2.4 锌标准溶液：质量浓度 $\rho_{\text{Zn}} = 1\,000\ \mu\text{g/mL}$ 。冷藏保存。

4.6.3 仪器

4.6.3.1 原子吸收光谱仪。

4.6.3.2 锰空心阴极灯。

4.6.3.3 锌空心阴极灯。

4.6.4 试样溶液的制备

称取含 0.045 g(精确至 0.000 1 g)代森锰锌的试样于 100 mL 容量瓶中，加入 80 mL 乙二胺四乙酸二钠溶液超声波振荡 5 min，用乙二胺四乙酸二钠溶液定容至刻度，摇匀。用移液管移取上述溶液 0.5 mL 于 50 mL 容量瓶中，用乙二胺四乙酸二钠溶液稀释至刻度，摇匀。

同时按上述方法制备不加代森锰锌试样的空白溶液作为参比溶液。

4.6.5 标准曲线的测定

4.6.5.1 标准储备溶液的制备

锰标准储备溶液：质量浓度 $\rho_{\text{Mn}} = 20\ \mu\text{g/mL}$ 。吸取 0.5 mL 锰标准溶液于 25 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

锌标准储备溶液：质量浓度 $\rho_{\text{Zn}} = 10\ \mu\text{g/mL}$ 。吸取 0.5 mL 锌标准溶液于 50 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

4.6.5.2 标准溶液的配制

4.6.5.2.1 锰标准溶液的配制

分别吸取 0 mL、0.2 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL 的锰标准储备溶液于 50 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

4.6.5.2.2 锌标准溶液的配制

分别吸取 0 mL、0.5 mL、0.8 mL、1.5 mL、3.0 mL、5.0 mL 的锌标准储备溶液于 50 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

4.6.5.3 标准曲线的测定

待仪器稳定并调节零点后，以不加锰(锌)的标准溶液为参比溶液，于波长 279.5 nm(213.9 nm)测定锰(锌)各标准溶液的吸光度。

分别以标准溶液的浓度为横坐标，相应的吸光度为纵坐标，绘制标准曲线。

4.6.6 测定

在与标准曲线测定相同的条件下，测定试样溶液的吸光度，在工作曲线上查出相应的浓度。

4.6.7 计算

在标准曲线上查出锰(锌)的浓度,按式(2)计算试样中锰(锌)的质量分数:

$$w_2 = \frac{V_1 \times \rho_1 \times n}{m_3 \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

w_2 ——锰(锌)质量分数,以百分数(%)表示;

V_1 ——测得试样吸光度对应锰(锌)标准储备溶液的体积,单位为毫升(mL);

ρ_1 ——锰(锌)标准储备溶液中锰(锌)的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

n ——测定时,样品的稀释倍数, $n=200$;

m_3 ——试样的质量,单位为克(g)。

4.6.8 允差

两次平行测定结果相对偏差:锰应不大于5%,锌应不大于10%,分别取其算术平均值作为测定结果。

4.7 砷质量分数的测定

4.7.1 方法提要

试样用酸消解后制备成水溶液,用原子荧光光谱仪测定该溶液中砷元素的含量,其定量限为0.01 $\mu\text{g/g}$ 。砷质量分数测定也可采用化学法,具体操作参见B.4。

4.7.2 试剂和溶液

4.7.2.1 硝酸溶液:溶液浓度 $c_{\text{HNO}_3} = 0.2 \text{ mol/L}$ 。

4.7.2.2 高氯酸。

4.7.2.3 盐酸:质量分数 $w_{\text{HCl}} = 36.0\% \sim 38.0\%$ 。

4.7.2.4 混酸:体积比 $\phi_{\text{HClO}_4 : \text{HNO}_3} = 1 : 3$ 。

4.7.2.5 盐酸溶液:体积比 $\phi_{\text{HCl} : \text{H}_2\text{O}} = 1 : 9$ 。

4.7.2.6 双氧水。

4.7.2.7 抗坏血酸。

4.7.2.8 硫脲。

4.7.2.9 抗坏血酸-硫脲混合溶液:10 g 抗坏血酸和 10 g 硫脲用 100 mL 水溶解。

4.7.2.10 砷标准溶液:质量浓度 $\rho_{\text{As}} = 1.0 \text{ mg/mL}$ 。密封冷藏。

4.7.2.11 硼氢化钾。

4.7.2.12 氢氧化钠。

4.7.2.13 高纯氩气。

4.7.3 仪器

4.7.3.1 原子荧光光谱仪。

4.7.3.2 电热板。

4.7.4 原子荧光光谱操作条件

4.7.4.1 光电倍增管负高压:260 V。

- 4.7.4.2 灯电流:80 mA。
- 4.7.4.3 载气流量:600 mL/min。
- 4.7.4.4 辅气流量:800 mL/min。
- 4.7.4.5 泵转速:100 r/min。
- 4.7.4.6 积分时间:5 s。

4.7.5 测定步骤

4.7.5.1 标样溶液的制备

4.7.5.1.1 砷标准储备液的配制

用移液管吸取砷标准溶液 1 mL 于 1 000 mL 容量瓶中,用硝酸溶液定容。配成 1 mg/L 的标准储备液。可放冰箱冷藏保存 1 个月。

4.7.5.1.2 砷标准溶液的配制

在 0 $\mu\text{g/L}$ ~10 $\mu\text{g/L}$ 范围内配制 6 档不同浓度的标准溶液。

分别吸取 0 mL、0.1 mL、0.2 mL、0.3 mL、0.4 mL、0.5 mL 的 1 mg/L 砷标准储备液于 50 mL 容量瓶中,加入盐酸溶液 25 mL,再加入抗坏血酸-硫脲混合液 5 mL,用水定容至 50 mL。室温放置 2 h 以上。

4.7.5.2 试样溶液的制备

4.7.5.2.1 湿法消解

称取试样 0.5 g(精确至 0.000 1 g),置于 150 mL 锥形瓶中,加入 10 mL 硝酸,将锥形瓶放在电热板上缓慢加热,直至黄烟基本消失;稍冷后加入 10 mL 混酸,在加热器上大火加热,至试样完全消解而得到透明的溶液(有时需酌情补加混酸);稍冷后加入 10 mL 水,加热至沸且冒白烟,再保持数分钟以驱除残余的混酸,然后冷却到室温,待配制试样溶液。

4.7.5.2.2 试样溶液的配制

把制得的消解溶液全部转移到 50 mL 容量瓶中(若溶液出现浑浊、沉淀或机械性杂质,则务必过滤),用水定容到 50 mL。

当试样中砷的质量分数小于 2.5 $\mu\text{g/g}$ 时,取定容后的消解液 20 mL 到 50 mL 容量瓶中,加入抗坏血酸-硫脲混合液 5 mL,然后用盐酸溶液定容到 50 mL,室温放置 2 h 以上。

当试样中砷的质量分数在 2.5 $\mu\text{g/g}$ ~10 $\mu\text{g/g}$,取定容后的消解液 5 mL 到 50 mL 容量瓶中,加入抗坏血酸-硫脲混合液 5 mL,再加入盐酸溶液 25 mL,并用水定容到 50 mL,室温放置 2 h 以上。

当试样中砷的质量分数大于 10 $\mu\text{g/g}$ 时,取定容后的消解液 0.5 mL 到 50 mL 容量瓶中,加入抗坏血酸-硫脲混合液 5 mL,再加入盐酸溶液 25 mL,并用水定容到 50 mL,室温放置 2 h 以上。

同时按相同方法制备不加试样的空白溶液。

4.7.5.3 测定

待原子荧光光谱仪稳定后,依次测定各标准溶液的荧光强度,并绘制出标准曲线。然后测定空白溶液和试样溶液的荧光强度。

4.7.6 计算

试样中砷的质量分数按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{2.5 \times (\rho_2 - \rho_0)}{m_4 \times V_2} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

- w_3 ——砷的质量分数,单位为微克每克($\mu\text{g/g}$)；
 ρ_2 ——试样溶液的荧光强度在标准曲线上所对应的砷的质量浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$)；
 ρ_0 ——空白溶液的荧光强度在标准曲线上所对应的砷的质量浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$)；
 m_4 ——试样的质量,单位为克(g)；
 V_2 ——消解后移取试样的体积,单位为毫升(mL)。

4.7.7 允差

两次平行测定结果相对偏差应不大于 10%，取其算术平均值作为测定结果。

4.8 乙撑硫脲(ETU)质量分数的测定



4.8.1 方法提要

试样用甲醇溶液溶解,以甲醇加水为流动相,使用 C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器,对试样中 ETU 进行反相高效液相色谱分离,外标法定量。(本方法检出限为 0.000 4%,定量限为 0.001%)

4.8.2 试剂和溶液

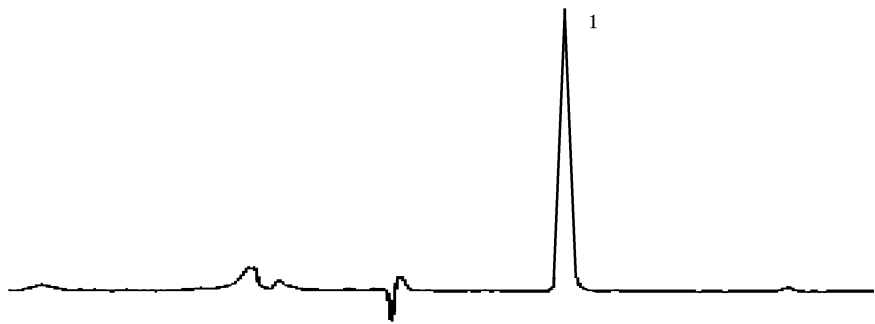
- 4.8.2.1 甲醇:色谱纯。
 4.8.2.2 甲醇溶液:体积比 $\phi_{\text{甲醇:水}} = 40 : 60$ 。
 4.8.2.3 水:超纯水或新蒸二次蒸馏水。
 4.8.2.4 ETU 标样:已知质量分数 $w_{\text{ETU}} \geq 98.5\%$ 。

4.8.3 仪器

- 4.8.3.1 高效液相色谱仪:具有可变波长紫外检测器。
 4.8.3.2 色谱数据处理机或色谱工作站。
 4.8.3.3 色谱柱:250 mm×4.6 mm(内径)不锈钢柱,内装 C_{18} 、5 μm 填充物(或具等效效果的色谱柱)。
 4.8.3.4 过滤器:滤膜孔径约 0.45 μm 。
 4.8.3.5 微量进样器:50 μL 。
 4.8.3.6 定量进样管:5 μL 。
 4.8.3.7 超声波清洗器。

4.8.4 高效液相色谱操作条件

- 4.8.4.1 流动相:体积比 $\phi_{\text{甲醇:水}} = 7 : 93$,经滤膜过滤,并进行脱气。
 4.8.4.2 流速:1.0 mL/min。
 4.8.4.3 柱温:室温(温度变化应不大于 2 $^{\circ}\text{C}$)。
 4.8.4.4 检测波长:233 nm。
 4.8.4.5 进样体积:5 μL 。
 4.8.4.6 保留时间:4.4 min。
 4.8.4.7 上述操作参数是典型的,可根据不同仪器特点,对给定的操作参数做适当调整,以期获得最佳效果。典型的测定 ETU 的代森锰锌原药和可湿性粉剂的高效液相色谱图分别见图 3 和图 4。



说明：
1——ETU。

图 3 测定 ETU 的代森锰锌原药的高效液相色谱图



说明：
1——ETU。

图 4 测定 ETU 的代森锰锌可湿性粉剂中的高效液相色谱图

4.8.5 测定步骤

4.8.5.1 标样溶液的制备

称取 0.01 g(精确至 0.000 01 g)ETU 标样于 50 mL 容量瓶中,加入 40 mL 甲醇溶液超声波振荡 3 min,冷却至室温,用甲醇溶液定容至刻度,摇匀。用移液管移取上述溶液 1 mL 于 25 mL 容量瓶中,用甲醇溶液稀释至刻度,摇匀。

4.8.5.2 试样溶液的制备

称取 0.2 g(精确至 0.000 1 g)代森锰锌试样于 50 mL 容量瓶中,加入 40 mL 甲醇溶液超声波振荡 3 min,冷却至室温,用甲醇溶液定容至刻度,摇匀。

4.8.5.3 测定

在上述操作条件下,待仪器稳定后,连续注入数针标样溶液,直至相邻两针 ETU 峰面积相对变化小于 10%后,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。

4.8.6 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 ETU 峰面积分别进行平均。试样中 ETU

的质量分数按式(4)计算:

$$\omega_4 = \frac{A_4 \times m_5 \times \omega_{b2}}{25 \times A_3 \times m_6} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- ω_4 ——ETU 的质量分数,以百分数(%)表示;
- A_4 ——试样溶液中,ETU 峰面积的平均值;
- m_5 ——ETU 标样的质量,单位为克(g);
- ω_{b2} ——ETU 标样的质量分数,以百分数(%)表示;
- 25 ——标样的稀释倍数;
- A_3 ——标样溶液中,ETU 峰面积的平均值;
- m_6 ——试样的质量,单位为克(g)。

4.8.7 允差

两次平行测定结果相对偏差应不大于 15%,取其算术平均值作为测定结果。

4.9 水分的测定

4.9.1 共沸蒸馏法(仲裁法)

按 GB/T 1600—2001 中 2.2 进行。

4.9.2 卤素水分测定仪法

4.9.2.1 仪器

- 4.9.2.1.1 卤素水分测定仪。
- 4.9.2.1.2 铝箔盘。
- 4.9.2.1.3 镊子。

4.9.2.2 操作条件

- 4.9.2.2.1 温度:(105±0.5)℃。
- 4.9.2.2.2 加热时间:15 min。

4.9.2.3 测定步骤

接通仪器电源,设置操作条件,开始自我校正。校正完毕后放入干燥恒重的铝箔盘,待仪器天平读数稳定后,按回零键。

将 5 g(精确至 0.001 g)试样均匀铺平于铝箔盘中,厚度在 1 mm 左右。打开加热键,仪器开始运行,运行结束后仪器所显示的数值,即为试样中水分。

4.9.2.4 允差

两次平行测定结果相对偏差应不大于 20%,取其算术平均值作为测定结果。

4.10 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.11 悬浮率的测定

按 GB/T 14825—2006 中 4.1 进行。称取含 0.5 g 代森锰锌的试样(精确至 0.000 1 g)。用 60 mL

缓冲溶液 B 将量筒内剩余的 25 mL 悬浮液及沉淀物全部转移至 100 mL 容量瓶中,用缓冲溶液 B 定容至刻度,在超声波(冰水浴)下振荡 5 min,摇匀,过滤。按 4.5 测定代森锰锌质量,计算其悬浮率。也可采用化学分析法:称取含 0.5 g 代森锰锌的试样(精确至 0.000 1 g)。将剩余的 1/10 悬浮液转移至事先垫有定量滤纸的 G2 漏斗中过滤,并用少许水冲洗后,将滤饼连同滤纸一起放入圆底烧瓶中,按照 B.1 的方法测定代森锰锌质量,计算其悬浮率。

4.12 润湿时间的测定

按 GB/T 5451 进行。

4.13 湿筛试验的测定

按 GB/T 16150—1995 中 2.2 进行。

4.14 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 进行。

4.15 热储稳定性试验

按 GB/T 19136—2003 中 2.2 进行。热储后,代森锰锌质量分数应不低于热储前测得值的 95%,悬浮率、乙撑硫脲(ETU)、pH 值、湿筛试验、润湿时间和持久起泡性仍应符合标准要求。

5 验收和质量保证期

5.1 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

5.2 质量保证期

在规定的储运条件下,从生产日期算起代森锰锌原药质量保证期为半年,代森锰锌可湿性粉剂质量保证期为两年。质量保证期内,各项指标均应符合标准要求。

6 标志、标签、包装和储运

6.1 标志、标签和包装

代森锰锌原药和可湿性粉剂标志、标签和包装应符合 GB 3796 的规定。

代森锰锌原药的包装应采用内衬塑料袋的编织袋包装,每袋净含量 25 kg。代森锰锌可湿性粉剂的包装应采用清洁、干燥的复合膜袋包装,每袋净含量可分别为 50 g、100 g、250 g、500 g。也可根据用户要求或订货协议采用其他形式的包装,但应符合 GB 3796 的规定。

6.2 储运

代森锰锌包装件应储存在通风、干燥的库房中。储运时,应严防潮湿和日晒,不应与食物、种子和饲料混放,应避免与皮肤、眼睛接触,并防止由口鼻吸入。

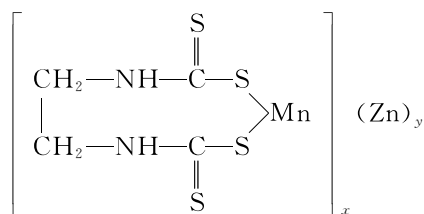
附 录 A

(资料性附录)

代森锰锌及其相关杂质乙撑硫脲的其他名称、结构式和基本物化参数

代森锰锌的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

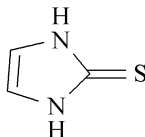
- ISO 通用名称: Mancozeb;
- CAS 登记号: 8018-01-7;
- CIPAC 数字代号: 34;
- 化学名称: 乙撑双二硫代氨基甲酸锰和锌离子的配位化合物;
- 结构式:



- 实验式: $(\text{C}_4\text{H}_6\text{N}_2\text{S}_4\text{Mn})_x(\text{Zn})_y$;
- 相对分子质量: 271(按含锰 20%及锌 2.55%计算);
- 生物活性: 杀菌;
- 熔点: 大于 172 °C(分解);
- 溶解度(20 °C~25 °C, pH 7.5): 水中 6.2 mg/L, 在大多数有机溶剂中不溶解, 可溶于强螯合剂溶液中;
- 稳定性: 在密闭容器中及隔热条件下可稳定存放两年以上, 水解速率(25 °C) DT_{50} 20 d (pH 5), 21 h (pH 7), 27 h (pH 9), 乙撑双(二硫代氨基甲酸盐)在环境中迅速水解、氧化、光解及代谢, 土壤中 DT_{50} 6 d~15 d。

相关杂质乙撑硫脲(ETU)的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

- ISO 通用名称: Ethylenethiourea;
- CAS 登记号: 96-45-7;
- 化学名称: 四氢咪唑-2-硫酮;
- 结构式:



- 实验式: $\text{C}_3\text{H}_6\text{SN}_2$;
- 相对分子质量: 102.2;
- 熔点: 197.8 °C~199.2 °C;
- 溶解度: 易溶于水(20 °C 19 g/L), 溶于乙醇、甲醇、乙二醇和吡啶等极性溶剂, 不溶于丙酮、醚、苯、三氯甲烷、石油醚等。

附录 B

(资料性附录)

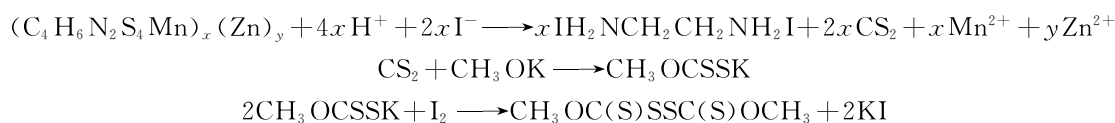
化学法测定代森锰锌、锰、锌、砷质量分数

B.1 化学法测定代森锰锌质量分数

B.1.1 方法提要

试样于煮沸的氢碘酸-冰乙酸溶液中分解,生成乙二胺盐、二硫化碳及干扰分析的硫化氢气体,先用乙酸铅溶液吸收硫化氢,继之以氢氧化钾-甲醇溶液吸收二硫化碳,并生成甲基磺原酸钾,二硫化碳吸收液用乙酸中和后立即以碘标准滴定溶液滴定。

反应式如下:



B.1.2 试剂和溶液

B.1.2.1 甲醇。

B.1.2.2 乙酸。

B.1.2.3 乙酸溶液:体积分数 $\varphi_{\text{乙酸}} = 36\%$ 。

B.1.2.4 氢碘酸:体积分数 $\varphi_{\text{氢碘酸}} = 45\%$ 。

B.1.2.5 氢氧化钾-甲醇溶液:质量浓度 $\rho_{\text{KOH}} = 110 \text{ g/L}$ 。

B.1.2.6 氢碘酸-乙酸溶液:体积比 $\psi_{\text{氢碘酸:乙酸}} = 13:87$ (使用前配制)。

B.1.2.7 乙酸铅溶液:质量浓度 $\rho_{\text{乙酸铅}} = 100 \text{ g/L}$ 。

B.1.2.8 二乙基二硫代氨基甲酸钠三水合物:试验物质按如下方法检查纯度:溶解约 0.5 g 该物于 100 mL 水中,用碘标准滴定溶液滴定,以淀粉溶液为指示剂。1 mL 碘溶液相当于 0.022 53 g 二乙基二硫代氨基甲酸钠。

B.1.2.9 碘标准滴定溶液:浓度 $c_{1/2\text{I}_2} = 0.1 \text{ mol/L}$,按 GB/T 601 配制和标定。

B.1.2.10 酚酞溶液:质量浓度 $\rho_{\text{酚酞}} = 10 \text{ g/L}$,按 GB/T 603 配制。

B.1.2.11 淀粉溶液:质量浓度 $\rho_{\text{淀粉}} = 10 \text{ g/L}$,按 GB/T 603 配制。

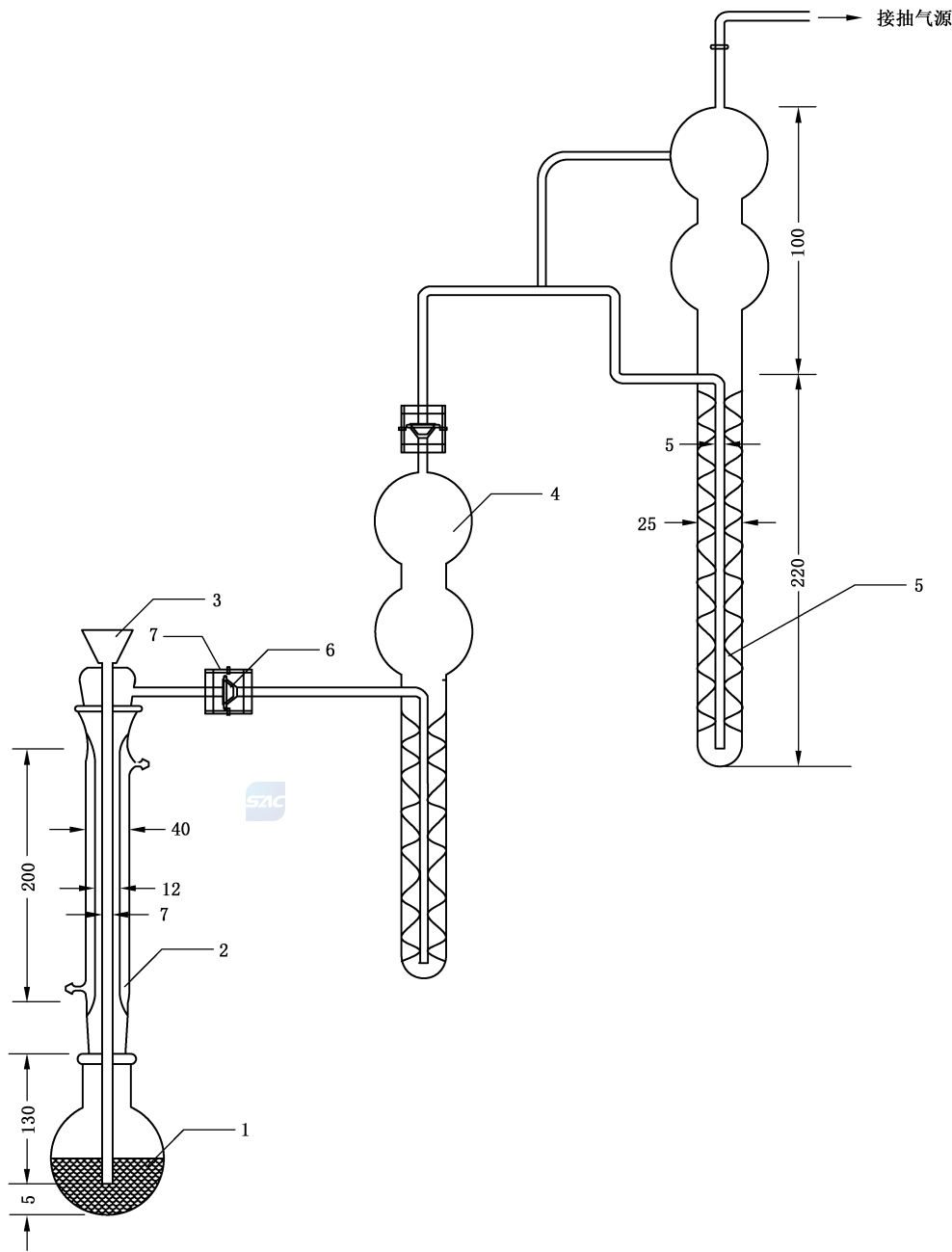
B.1.3 分解吸收装置的检查

称取已知含量的二乙基二硫代氨基甲酸钠 0.2 g(精确至 0.000 1 g),按 B.1.5 测定,以二乙基二硫代氨基甲酸钠为试验物完成整个测定过程,用来检查分解吸收装置。回收率在 99%~101%为合格。

B.1.4 测定装置

代森锰锌测定装置见图 B.1。

单位为毫米



- 说明：
- 1——150 mL 烧瓶；
 - 2——直形冷凝管；
 - 3——长颈漏斗(加酸管)；
 - 4——第一吸收管；
 - 5——第二吸收管；
 - 6——球磨；
 - 7——夹子。

图 B.1 代森锰锌测定装置

B.1.5 测定步骤

称取约含代森锰锌 0.2 g(精确至 0.000 1 g)的试样,置于圆底烧瓶中,第一吸收管加 50 mL 乙酸铅溶液,第二吸收管加 50 mL 氢氧化钾-甲醇溶液,连接代森锰锌测定装置,检查装置的密封性。打开冷却水,开启抽气源,控制抽气速度,以每秒 2 个~6 个气泡均匀稳定地通过吸收管。

通过长颈漏斗向圆底烧瓶加入 50 mL 氢碘酸-冰乙酸溶液,摇动均匀。同时立即加热烧瓶,小心控制防止反应液冲出,保持微沸 50 min,拆开装置,停止加热,取下第二吸收管,将内容物用 200 mL 水洗入 500 mL 锥形瓶中,以酚酞溶液检查吸收管,洗至管内无内残物,用乙酸溶液中和由粉红色至黄色,再过量 3 滴~4 滴,立即用碘标准滴定溶液滴定,同时不断摇动,近终点时加 3 mL 淀粉溶液,继续滴定至溶液呈蓝色。同时作空白测定。

B.1.6 计算

试样中代森锰锌质量分数按式(B.1)计算:

$$w_1 = \frac{c_1 \times (V_3 - V_4) \times M_1}{m_7 \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

w_1 ——代森锰锌的质量分数,以百分数(%)表示;

c_1 ——碘标准滴定溶液浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_3 ——滴定试样消耗碘标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_4 ——滴定空白消耗碘标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

M_1 ——代森锰锌 $[1/2(C_4H_6N_2S_4Mn)_x(Zn)_y]$ 的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol),

$M_1 = 135.5$;

m_7 ——试样的质量,单位为克(g)。

B.1.7 允差

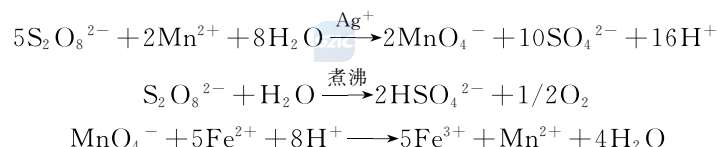
两次平行测定结果之差不大于 1.2%,取其算术平均值作为测定结果。

B.2 化学法测定锰质量分数

B.2.1 方法提要

试样以浓硝酸分解后,用过硫酸铵将二价锰氧化至七价锰,用硫酸亚铁铵标准溶液滴定,测出锰的质量分数。过量的过硫酸铵通过加热煮沸除去,银离子催化二价锰的氧化。

反应式如下:



B.2.2 试剂和溶液

B.2.2.1 硝酸。

B.2.2.2 磷酸。

B.2.2.3 磷酸氢二钠溶液:质量浓度 $\rho_{Na_2HPO_4} = 200$ g/L。

B.2.2.4 过硫酸铵溶液:质量浓度 $\rho_{(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8} = 150 \text{ g/L}$ 。

B.2.2.5 硝酸银溶液:质量浓度 $\rho_{\text{AgNO}_3} = 20 \text{ g/L}$ 。

B.2.2.6 氯化钠溶液:质量浓度 $\rho_{\text{NaCl}} = 5 \text{ g/L}$ 。

B.2.2.7 硫酸亚铁铵标准滴定溶液:质量浓度 $c_{(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2} = 0.1 \text{ mol/L}$,按 GB/T 601 配制和标定。

B.2.2.8 *N*-苯基邻氨基苯甲酸指示液:质量浓度 $\rho_{\text{N-苯基邻氨基苯甲酸}} = 2 \text{ g/L}$,按 GB/T 603 配制。

B.2.3 仪器

电热板。

B.2.4 测定步骤

称取约含 0.02 g 锰的代森锰锌(精确至 0.000 1 g)的试样,置于 250 mL 碘量瓶中,加入 5 mL 浓硝酸,缓慢加热,使样品分解,待瓶中无棕色气体产生时,停止加热并自然冷却;加 70 mL 水并淋洗瓶壁,加入 15 mL 磷酸、20 mL 磷酸氢二钠溶液、10 mL 硝酸银溶液和 20 mL 过硫酸铵溶液,摇匀后立即放入沸水浴中加热 20 min,取出冷却至室温;加 10 mL 氯化钠溶液,摇匀,立即用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定,待溶液呈现浅红色时,加 3 滴~4 滴 *N*-苯基邻氨基苯甲酸指示液,继续滴定至溶液由紫红色变为黄绿色时即为终点。

B.2.5 计算

试样中锰质量分数按式(B.2)计算:

$$w_5 = \frac{c_2 \times V_5 \times M_2}{m_8 \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (\text{B.2})$$

式中:

w_5 ——锰的质量分数,以百分数(%)表示;

c_2 ——硫酸亚铁铵标准滴定溶液浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_5 ——滴定试样溶液所消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);

M_2 ——锰(1/5Mn)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol), $M_2 = 10.99$;

m_8 ——试样的质量,单位为克(g)。

B.2.6 允差

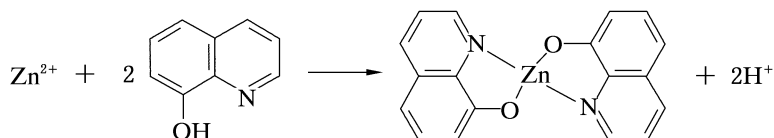
两次平行测定结果之差不大于 0.3%,取其算术平均值作为测定结果。

B.3 化学法测定锌质量分数

B.3.1 方法提要

试样以浓硝酸分解后,用氢氧化钠溶液中和,在乙酸-乙酸钠缓冲溶液中加 8-羟基喹啉进行沉淀,用玻璃砂芯漏斗过滤后恒重。加入抗坏血酸防止锰水解析出。

反应式如下:



B.3.2 试剂和溶液

B.3.2.1 硝酸。

B.3.2.2 抗坏血酸。

B.3.2.3 氢氧化钠溶液:质量浓度 $\rho_{1(\text{NaOH})}=80 \text{ g/L}$ 、 $\rho_{2(\text{NaOH})}=400 \text{ g/L}$ 。

B.3.2.4 8-羟基喹琳乙醇溶液:质量浓度 $\rho_{8\text{-羟基喹琳}} = 10 \text{ g/L}$ 。

B.3.2.5 乙酸-乙酸钠缓冲溶液:乙酸钠($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)136 g 溶于适量水,加 108 mL 冰乙酸,稀释至 1 000 mL。

B.3.3 仪器

B.3.3.1 玻璃砂芯漏斗: G_2 、 G_4 。

B.3.3.2 恒温水浴。

B.3.3.3 电热板。

B.3.3.4 烘箱。

B.3.4 测定步骤

称取约含 0.02 g 锌的代森锰锌(精确至 0.000 1 g)的试样,置于 250 mL 碘量瓶中,加入 20 mL 浓硝酸,缓慢加热至无棕色气体产生,防止暴沸,冷却,加 50 mL 水;将溶液用 G_2 漏斗过滤至 500 mL 烧杯中,用 150 mL 水分 5 次洗涤,加 0.5 g 抗坏血酸,溶解后用 400 g/L 的氢氧化钠溶液中和至 $pH \approx 2$,再用 80 g/L 的氢氧化钠溶液中和至 $pH \approx 4$,加入 20 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液,加热至 80 $^{\circ}C$,边搅动边加入 15 mL 8-羟基喹啉溶液,在 80 $^{\circ}C$ 下保持 25 min,并不时搅动,用恒重的 G_4 漏斗过滤,每次用 10 mL 热水,搅动沉淀洗涤 7 次,于 110 $^{\circ}C \sim 115^{\circ}C$ 烘箱烘至恒重。

B.3.5 计算

试样中锌质量分数按式(B.3)计算:

$$w_6 = \frac{m_{10} \times w_1 \times 0.1717}{m_0} \dots\dots\dots (B.3)$$

式中:

w_6 ——试样中锌的质量分数,以百分数(%)表示;

m_{10} ——沉淀物的质量,单位为克(g);

w_1 ——试样中代森锰锌的质量分数,以百分数(%)表示;

0.171 7——8-羟基喹琳锌对锌的换算系数;

m_g ——试样的质量,单位为克(g)。

B.3.6 允差

两次平行测定结果之差不大于 0.2%，取其算术平均值作为测定结果。

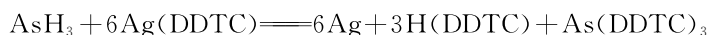
B.4 化学法测定砷质量分数

B.4.1 方法提要

在酸性介质中,用锌还原砷,生成砷化锌,导入二乙基二硫代氨基甲酸银 $[\text{Ag}(\text{DDTC})]$ 吡啶溶液

中,生成紫红色的可溶性胶态银,在最大吸收波长 540 nm 处,对其进行吸光度的测量。

生成胶态银的反应式如下:



B.4.2 试剂和溶液

B.4.2.1 硝酸。

B.4.2.2 抗坏血酸。

B.4.2.3 盐酸。

B.4.2.4 盐酸溶液:体积比 $\psi_{\text{盐酸}: \text{水}} = 75 : 25$ 。

B.4.2.5 锌粒:粒径为 0.5 mm~1 mm。

B.4.2.6 二乙基二硫代氨基甲酸银 $[\text{Ag}(\text{DDTC})]$ 吡啶溶液:质量浓度 $\rho_{\text{Ag}(\text{DDTC})} = 5 \text{ g/L}$ 。(储于密闭棕色玻璃瓶中,避光照射,有效期为两周)

B.4.2.7 碘化钾溶液:质量浓度 $\rho_{\text{KI}} = 150 \text{ g/L}$ 。

B.4.2.8 氯化亚锡盐酸溶液:质量浓度 $\rho_{\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}} = 400 \text{ g/L}$,按 GB/T 603 配制。

B.4.2.9 氢氧化钠溶液:质量浓度 $\rho_{\text{NaOH}} = 50 \text{ g/L}$ 。

B.4.2.10 乙酸铅溶液:质量浓度 $\rho_{\text{乙酸铅}} = 200 \text{ g/L}$ 。

B.4.2.11 三氧化二砷:烘至恒重保存于硫酸干燥器中。

B.4.2.12 砷标准溶液 A:准确称取 0.132 0 g 三氧化二砷(优级纯),置于 100 mL 烧杯中,用 2 mL 氢氧化钠溶液溶解,转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。(此溶液质量浓度 $\rho_{\text{As}} = 100 \mu\text{g/mL}$)

B.4.2.13 砷标准溶液 B:吸取 25.0 mL A 溶液,置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液使用时现配。(此溶液质量浓度 $\rho_{\text{As}} = 2.50 \mu\text{g/mL}$)

B.4.2.14 乙酸铅脱脂棉:脱脂棉于乙酸铅溶液中浸透,取出在室温下晾干,保存在密闭容器中。

B.4.3 仪器

B.4.3.1 测定砷的所有玻璃仪器用浓硫酸-重铬酸钾洗液洗涤,再以水清洗干净,干燥备用。

B.4.3.2 分光光度计:具有 540 nm 波长。

B.4.3.3 定砷仪:15 球定砷仪(如图 B.2 所示),或其他经试验证明,在规定的检验条件下,能给出相同结果的定砷仪。

单位为毫米

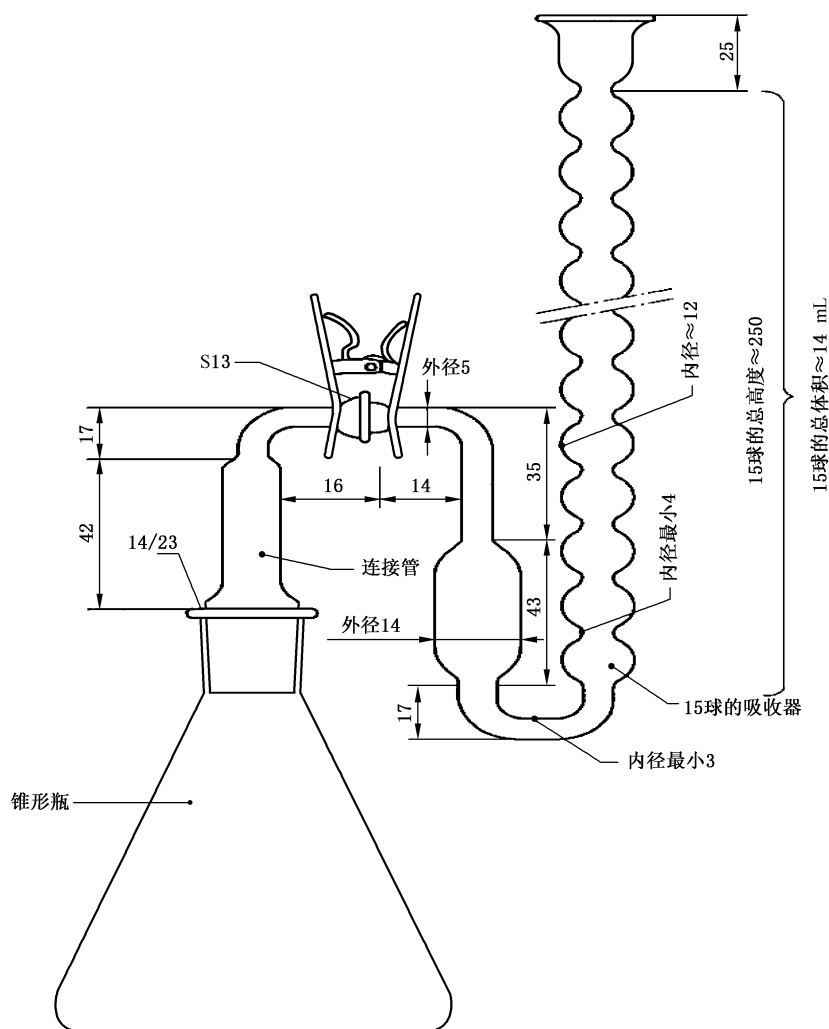


图 B.2 15 球定砷仪

B.4.4 测定步骤

B.4.4.1 试液的制备

称取 5 g(精确至 0.1 g)试样置于 250 mL 烧杯中,加入 30 mL 盐酸和 10 mL 硝酸,盖上表面皿,在电热板上煮沸 30 min 后,移开表面皿继续加热,使酸溶液全部蒸发至干,以赶尽硝酸。冷却后,加入 50 mL 盐酸溶液,加热溶解,用水完全洗入 200 mL 容量瓶中,冷却后用水稀释至刻度,摇匀。

B.4.4.2 工作曲线的绘制

B.4.4.2.1 标准显色溶液的制备

按表 B.1 移取砷标准溶液 B 分别置于 6 个 100 mL 锥形瓶中,于各锥形瓶中加 10 mL 盐酸和一定量水,使体积约为 40 mL,此时,溶液浓度 $c_{\text{HCl}}=3 \text{ mol/L}$;然后再加 2 mL 碘化钾溶液和 2 mL 氯化亚锡盐酸溶液,摇匀,放置 15 min。

在连接管末端装入少量乙酸铅脱脂棉,用于吸收反应时逸出的硫化氢。移取 5.0 mL 二乙基二硫代氨基甲酸银吡啶溶液于 15 球吸收器中,将连接管接在吸收器上。

称量 5 g 锌粒加入锥形瓶中,迅速连接好仪器,使反应进行约 45 min,拆下吸收器,充分摇匀生成的紫红色胶银。

表 B.1 绘制砷工作曲线所用系列标准溶液 B

砷(As)标准溶液体积 mL	相应的砷(As)含量 μg
0 ^a	0
1.00	2.5
2.00	5.0
4.00	10.0
6.00	15.0
8.00	20.0
^a 空白溶液。	

B.4.4.2.2 吸光度的测定

在 540 nm 波长下,以水为参比,测定各标准显色溶液的吸光度。

B.4.4.2.3 工作曲线的绘制

以砷质量为横坐标,测得的各标准显色溶液的吸光度值(减去空白吸光度值)为纵坐标绘制工作曲线。

B.4.4.3 测定

吸取 25 mL 试液于 100 mL 锥形瓶中,加 10 mL 盐酸和一定量水,使体积约为 40 mL,然后加入 1 g 抗坏血酸,2 mL 碘化钾溶液和 2 mL 氯化亚锡盐酸溶液,摇匀,放置 15 min。

在连接管末端装入少量乙酸铅脱脂棉,用于吸收反应时逸出的硫化氢。移取 5.0 mL 二乙基二硫代氨基甲酸银吡啶溶液于 15 球吸收器中,将连接管接在吸收器上。

称量 5 g 锌粒加入锥形瓶中迅速连接好仪器,使反应进行约 45 min,拆下吸收器,充分摇匀生成的紫红色胶银。在 540 nm 波长下,以水为参比,测定试液的吸光度,在测定的同时做空白试验。

B.4.4.4 计算

在工作曲线上查出砷的质量,按式(B.4)计算试样中砷的质量分数:

$$w_3 = \frac{m_{11}}{m_{12} \times k} \dots\dots\dots (B.4)$$

式中:

w_3 ——砷的质量分数,单位为微克每克($\mu\text{g/g}$);

m_{11} ——砷的质量,单位为微克(μg);

m_{12} ——试样的质量,单位为克(g);

k ——测定时,所取试液体积与试液总体积之比, $k=8$ 。

B.4.4.5 允差

两次平行测定结果之差不大于 10%,取其算术平均值作为测定结果。