

ICS 71.040.30

G 67

备案号:

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4746—2014

农药残留检测用试剂 丙 酮

Reagent acetone for pesticide residue analysis

2014-12-31 发布

2015-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会化学试剂分会（SAC/TC63/SC3）归口。

本标准负责起草单位：中国计量科学研究院。

本标准参加起草单位：北京化学试剂研究所。

本标准主要起草人：全灿、李红梅、黄挺、戴新华、孟蓉、韩宝英、王玉华、马康、张军。

农药残留检测用试剂

丙 酮

警告：本标准规定的一些试验过程可能导致危险情况，使用者有责任采取适当的的安全和健康措施。

1 范围

本标准规定了“农药残留检测用试剂 丙酮”的性状、规格、试验、检验规则、包装及标志。

本标准适用于“农药残留检测用试剂 丙酮”的检验。

示性式： CH_3COCH_3

相对分子质量：58.08（根据 2007 年国际相对原子质量）

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 606 化学试剂 水分测定通用方法 卡尔·费休法

GB/T 611—2006 化学试剂 密度测定通用方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 9722—2006 化学试剂 气相色谱法通则

GB/T 9740 化学试剂 蒸发残渣测定通用方法

GB 15258 化学品安全标签编写规定

GB 15346 化学试剂 包装及标志

HG/T 3921 化学试剂 采样及验收规则

SN/T 2383 液体化工品 密度和相对密度的测定 数字式密度计法

3 性状

本试剂为无色透明液体，具有特殊臭味，易燃。能与水、乙醇及多种有机溶剂互溶。

4 规格

丙酮的规格见表 1。

表 1 丙酮的规格

名 称	规 格
含量(CH_3COCH_3), $w/\%$	≥ 99.7
密度(20℃), $\rho/(\text{g/mL})$	0.789~0.793
蒸发残渣, $w/\%$	≤ 0.0002
水分(H_2O), $w/\%$	≤ 0.3
农残特性	合格

HG/T 4746—2014

5 试验

5.1 一般规定

本章中除另有规定外，实验用水应符合 GB/T 6682 中三级水规格，样品均按精确至 0.1 mL 量取，所用溶液以“%”表示的均为质量分数。

5.2 含量

5.2.1 试剂、材料及仪器

应符合 GB/T 9722—2006 第 5 章、第 6 章的规定。

5.2.2 测定条件

检测器：火焰离子化检测器。

载气及流速：氮气，1.0 mL/min。

色谱柱：HP-5（5 %苯基二苯基甲基硅氧烷）毛细管柱（或能达到同等分离效果的其他毛细管柱）。

柱长：30 m。

柱内径：0.53 mm。

液膜厚度：3.0 μm。

柱温度：40 °C 保持 3 min，10 °C/min 升温至 230 °C，保持 1 min。

汽化室温度：250 °C。

检测室温度：260 °C。

不对称因子： $f \leq 1.02$ 。

色谱柱有效板高： $H_{\text{eff}} \leq 0.13$ mm。

进样量：0.2 μL。

难分离物质对分离度： $R \geq 3.6$ （甲醇和丙酮）。

5.2.3 定量方法

按 GB/T 9722—2006 中 9.2 的规定测定。

5.3 密度

5.3.1 密度瓶法（仲裁法）

按 GB/T 611—2006 中 4.2 的规定测定。

5.3.2 数字式密度计法

按 SN/T 2383 的规定测定。

5.4 蒸发残渣

量取 633 mL（500 g）样品，按 GB/T 9740 的规定测定。

5.5 水分

量取 10 mL（8 g）样品，以乙二醇甲醚为溶剂，按 GB/T 606 的规定测定。

5.6 农残特性

5.6.1 本章中所用丙酮应符合农药残留检测用试剂标准。

5.6.2 试样溶液制备

量取 300 mL 样品，在旋转蒸发仪上浓缩至约 10 mL，停止加热，取下，在常温下氮吹浓缩至 2 mL 时，加入少量丙酮，旋混均匀，在常温下氮吹浓缩至 1 mL。

5.6.3 工作曲线用溶液的配制

标准储备溶液（0.1 mg/mL）：称取 10 mg 丙体六氯环己烷（ γ -666）（质量分数为 99.0 % 以上），精确至 0.000 1 g。置于 100 mL 容量瓶中，用丙酮溶解，稀释至 100 mL。

标准溶液（100 ng/mL）：量取 10 mL 标准储备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用丙酮稀释至刻度，摇匀。取 1 mL，用丙酮稀释至 100 mL，摇匀。

工作曲线用溶液：分别量取 0.1 mL、0.2 mL、0.4 mL、0.8 mL、1.6 mL 标准溶液，分别置于 10 mL 容量瓶中，用丙酮稀释至刻度（使用前配制）。

5.6.4 检测条件

- 检测器：电子捕获检测器。
- 载气及流速：氮气，1.0 mL/min。
- 色谱柱：HP-5（5 % 苯基二苯基甲基硅氧烷）毛细管柱（或能达到同等分离效果的其他毛细管柱）。
- 柱长：30 m。
- 柱内径：0.25 mm。
- 液膜厚度：0.25 μm。
- 柱温度：200 ℃。
- 汽化室温度：250 ℃。
- 检测室温度：260 ℃。
- 色谱柱有效板高： $H_{eff} \leq 0.18$ mm。
- 进样量：5.0 μL。

5.6.5 测定方法

按上述测定条件分别注入试样溶液和工作曲线用溶液，在试样溶液的色谱图上，从丙体六氯环己烷保留时间的一半至 60 min 内记录试样溶液的峰高。峰高应不大于工作曲线中质量浓度为 6.0 ng/mL 的丙体六氯环己烷峰高的 1/2。

6 检验规则

按照 HG/T 3921 的规定进行采样及验收。

7 包装及标志

- 按 GB 15346 的规定进行包装、贮存与运输，并给出标志，其中——
- 包装单位：第 4、5 类；
- 内包装形式：NBY-20，NBY-21，NBY-23，NBY-24，NBY-27，NBY-28；
- 隔离材料：GC-2，GC-3，GC-4；
- 外包装形式：WB-1，WB-2，WB-3；
- 标签：符合 GB 15258 的规定，注明“易燃液体”。