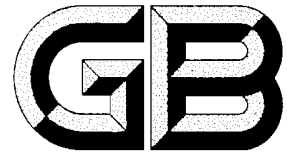


UDC 632.95 : 543.062

G 25



中华人民共和国国家标准

GB 8205—87

---

# 二氯菊酰氯含量分析方法

**Analytical method of content for  
DV acid chloride technical**

1987-09-17 发布

1988-05-01 实施

---

国家标准局 发布

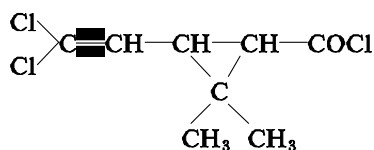
## 二氯菊酰氯含量分析方法

Analytical method of content for  
DV acid chloride technical

本标准适用于二氯菊酰氯含量的测定。

有效成分：(±)-顺式、反式 3-(2,2-二氯乙烯)-2,2-二甲基环丙烷-1-甲酰氯。

结构式：



分子式： $C_8H_9OCl_3$

分子量：227.518(1983年国际原子量)

## 1 试剂

二氯菊酰氯标准品：已知含量(亦可用已知纯度的二氯菊酸乙酯作标准品)；

无水乙醇(GB 678—78)：分析纯，用条状 5Å 分子筛(经 550°C 活化 4 h，干燥器放冷)进行脱水处理后使用；

α-氯代萘：内标物，不得含有与二氯菊酰氯分离不开的杂质。

## 2 仪器和装置

气相色谱仪，火焰离子化检测器；

记录仪或积分仪；

色谱柱：长 1 m、内径 3 mm 不锈钢管；

填充物：5% 己二酸乙二醇聚酯(PEGA)，涂渍于上试 102 白色硅烷化担体(40~60 目)上。

## 3 测定步骤

## 3.1 色谱柱的填充和老化

将洗净、烘干的不锈钢柱一端接小漏斗，另一端塞适量玻璃棉，裹以纱布后，通过橡皮管与真空泵相连。开启真空泵，从漏斗处分次加入已制备好的填充物，并不断轻敲柱壁，使填充物均匀紧密地填满色谱柱，取下色谱柱，在入口端也塞以适量的玻璃棉。

将填充色谱柱时的入口端与气相色谱仪的汽化室相连，出口端暂不接检测器，以约 30 ml/min 流速通载气，于 130°C 柱温下至少老化 12 h。

## 3.2 色谱操作条件

温度：柱室 114°C；汽化室 130°C 左右；检测器 130°C 左右。

气体流速：载气(N<sub>2</sub>)30 ml/min；氢气 40 ml/min；空气 400~500 ml/min。

纸速：10 mm/min。

灵敏度和衰减：调节灵敏度和衰减，使色谱峰高为记录仪满量程的 60%~80%。

相对保留时间：

顺式二氯菊酰氯： $\approx 0.75$

反式二氯菊酰氯：1.00(约 1.85 min)

内标物： $\approx 1.64$

### 3.3 相对校正因子( $f$ )的测定

在预先加入约 2 ml 分析纯并经 5Å 分子筛脱水的无水乙醇具塞小锥形瓶中，准确称入约 40 mg(精确至 0.1 mg)二氯菊酰氯(或二氯菊酸乙酯)标准品，摇动片刻，再称入  $\alpha$ -氯代萘(精确至 0.1 mg)使二者之比在 0.8~1.2 之间，摇匀后，进样记录色谱图，按式(1)计算相对校正因子  $f$ ：

$$f = \frac{m_s \cdot A_{is}}{m_{is} \cdot A_s} \times P \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中： $m_s, m_{is}$ ——分别为二氯菊酰氯标准品和内标物的质量，g；

$A_s, A_{is}$ ——分别为二氯菊酰氯标准品与内标物的峰面积，mm<sup>2</sup>；

$P$ ——二氯菊酰氯标准品的百分含量。

### 3.4 样品含量的测定

测定手续同 3.3，唯以待测样品代替标准品。

### 3.5 计算

二氯菊酰氯百分含量  $X(m/m)$ ，按式(2)计算：

$$X = f \cdot \frac{m_{is} \cdot A_i}{m_i \cdot A_{is}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中： $m_i, m_{is}$ ——分别为样品和内标物的质量，g；

$A_i, A_{is}$ ——分别为样品和内标物的峰面积，mm<sup>2</sup>。

### 3.6 偏差

本方法的平行偏差不得大于 2.0%。

#### 附加说明：

本标准由化学工业部沈阳化工研究院归口。

本标准由江苏农药研究所负责起草。

本标准主要起草人王云生。