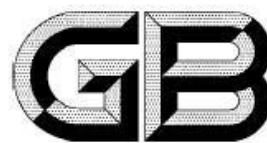


ICS 65.100.10
G 25



中华人民共和国国家标准

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

中包联气雾剂专业委员会
www.aerosolchina.org

2009-09-30 发布

2010-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准的第4章内容为强制性条文,其余为推荐性条文。

本标准中的电热蚊香片最低持效期与《粮农组织和世卫组织农药标准制定和使用手册》一致性程度为非等效。

本标准将毒理、烟尘量及GB 18416—2001《家用卫生杀虫用品 盘式蚊香》、GB 18417—2001《家用卫生杀虫用品 电热片蚊香》、GB 18418—2001《家用卫生杀虫用品 电热液体蚊香》、GB 18419—2001《家用卫生杀虫用品 杀虫气雾剂》标准中有关健康、环境安全的要求编入了本标准。

本标准的附录A、附录B、附录C、附录D、附录E为规范性附录。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国家用卫生杀虫用品标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:中山榄菊日化实业有限公司、北京市轻工产品质量监督检验一站、成都彩虹电器(集团)股份有限公司、河北康达有限公司、浙江黑猫神蚊香集团有限公司、福建省金鹿日化股份有限公司、江苏同大股份有限公司、江苏三笑集团有限公司、温州瓯斯达电器实业公司、温州市雄正电器有限公司、中山市凯达精细化工股份有限公司、江苏爱特福股份有限公司、浙江正点实业有限公司。

本标准主要起草人:李传和、林炜、麻毅、耿玉川、王学民、秦孝明、吴智福、金宪杨、王宝勤、陈大为、陈祥雄、崔茹平、赵建洲、雷东平、何建国、魏晓英、侯桂丽。

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通用的术语和定义、要求、试验方法。
本标准适用于家用卫生杀虫用品类产品有关健康、环境安全通用要求。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB 13917.1~13917.7 农药登记卫生杀虫剂室内药效试验方法

GB/T 17322.1~17322.11 农药登记卫生杀虫剂室内药效评价

国家质量监督检验检疫总局令 第75号《定量包装商品计量监督管理办法》

中华人民共和国农业部[2007年]10号令《农药登记资料规定》

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

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,应达到的驱(灭)蚊虫(包括蝇、蜚蠊、蚂蚁等)效果。

3.3

击倒中时 median knockdown time, KT_{50}

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

电热蚊香液中药液与电加热器配套使用所应达到最低的有效时间。

4 要求

4.1 有效成分使用要求

应是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

应符合中华人民共和国农业部[2007年]10号令中相应剂型的毒理学试验要求。

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及以下规定：

- a) 蚊香、蟑香、蝇香等烟制剂产品，其有效成分含量允许波动范围，应当不高于标明值的40%，不低于标明值的20%；
- b) 电热蚊香液产品，其有效成分含量允许波动范围，应当不高于标明值的25%，不低于标明值的10%；
- c) 电热蚊香片产品应当标明(mg/片)。其有效成分含量允许波动范围不高于标明值的35%，不低于标明值的10%；
- d) 凡产品中有效成分含量低于0.1%的组分，应在企业生产线上抽取有效成分含量低于0.1%组分的料液，并测试其有效成分含量。

表1

标明含量 X/%或(g/100 mL)	允许波动范围
$X \leq 1$ (或不以质量分数表示)	$-15\% X \sim 35\% X$
$1 < X \leq 2.5$	$\pm 25\% X$
$2.5 < X \leq 10$	$\pm 10\% X$
$10 < X \leq 25$	$\pm 6\% X$
$25 < X \leq 50$	$\pm 5\% X$
$X > 50$	$\pm 2.5\%$ 或 $2.5 \text{ g}/100 \text{ mL}$
注：X 指产品中每一种有效成分含量。	

4.4 药效

4.4.1 蚊香

$KT_{50} \leq 8.0 \text{ min}$ 。

4.4.2 电热蚊香片

圆筒法 $KT_{50} \leq 8.0 \text{ min}$ 或方箱法 $KT_{50} \leq 10.0 \text{ min}$ 。

4.4.3 电热蚊香液

圆筒法 $KT_{50} \leq 8.0 \text{ min}$ 或方箱法 $KT_{50} \leq 10.0 \text{ min}$ 。

4.4.4 杀虫气雾剂

药效要求见表2。

表2

试虫	KT_{50}/min	死亡率/%
蚊	≤ 5.0	24 h ≥ 95
蝇	≤ 5.0	24 h ≥ 95
蜚蠊	≤ 9.0	72 h ≥ 95
注：若产品明示特定昆虫，则只进行对应昆虫的药效试验。		

4.4.5 喷射剂、小型烟雾剂、毒饵、毒粉、毒笔、驱避剂

药效要求见表3。

表 3

剂型		对象	KT ₅₀ /min,或 LT ₅₀ /d		死亡率/%
喷射剂	油基类	蚊	剂量(mL/m ³):0.7143	≤5.0	≥95.0
		蝇	剂量(mL/m ³):0.7143	≤6.0	≥95.0
		蜚蠊	剂量(mL/m ³):7.143	≤10.0	≥95.0
	水基和醇基类	蚊	剂量(mL/m ³):1.43	≤5.0	≥95.0
		蝇	剂量(mL/m ³):1.43	≤6.0	≥95.0
		蜚蠊	剂量(mL/m ³):7.143	≤10.0	≥95.0
	乳油	蚊	剂量(mL/m ³):1.43	≤10.0	≥90.0
		蝇	剂量(mL/m ³):1.43	≤10.0	≥90.0
		蜚蠊	剂量(mL/m ³):7.143	≤15.0	≥90.0
小型烟雾剂		蚊	≤8.0		≥95.0
		蝇	≤10.0		≥95.0
		蜚蠊			≥85.0
毒饵	蜚蠊		LT ₅₀ ≤2 d		≥90.0
			LT ₅₀ >2 d		≥90.0
	蚂蚁				≥90.0
		蝇			≥90.0
毒粉、毒笔		蜚蠊			≥95.0
		蚂蚁			≥95.0
		蚤			≥95.0
驱避剂		人	有效保护时间≥4.0 h		

4.4.6 未列剂型产品

按国家相关产品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,菊酯类有效成分含量的降解率≤10%,其他类有效成分含量的降解率≤15%。

4.6 烟尘量

4.6.1 无烟、微烟蚊香的产品分类应在产品包装上明示。

4.6.2 烟尘量应符合表 4 要求。

表 4

产品分类	烟尘量 X/(mg/g)
无烟	X≤5
微烟	X≤30

4.7 电热蚊香液最低持效期

电热蚊香液应标明最低持效期(以小时表示),瓶内应装有足够的药液以确保产品高于最低持效期的使用。

4.8 电热蚊香液净含量

应明示在产品或包装上,用容积或质量单位标注,其偏差应符合国家质量监督检验检疫总局令第

75号中附表3相应规定。

4.9 杀虫气雾剂内压

杀虫气雾剂内压值应小于等于1.0 MPa。

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,其偏差应符合国家质量监督检验检疫总局令第75号中附表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,其偏差应符合国家质量监督检验检疫总局令第75号中附表3相应规定。

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 目测。

5.3.2 有效成分含量按附录A、附录B、附录C、附录D规定进行测试(未列剂型产品按国家相关标准中的试验方法执行)。

5.4 药效

5.4.1 喷射剂、气雾剂、小型烟雾剂、蚊香、电热蚊香片、电热蚊香液、蜚蠊毒饵按GB 13917.1~13917.7进行检测。

5.4.2 毒粉、毒笔、驱避剂按GB/T 17322.9~17322.10进行检测。

5.4.3 未列剂型产品按国家相关产品标准中的方法执行。

5.5 热贮稳定性

5.5.1 蚊香

一盒试验样品中取中间的一盘粉碎后,过0.154 mm(100目/英寸)标准分样筛,取一半放到聚四氟乙烯试剂瓶中密封(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内按有效成分含量测定方法测试并计算降解率。

5.5.2 电热蚊香片

测试样品应与贮前为同一列中的电热蚊香片,试验样品(带铝箔包装)放置在 $(54\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 的恒温箱内14 d,取出试样后于24 h内按有效成分含量测定方法测试并计算降解率。

5.5.3 电热蚊香液

将一瓶测试样品先取出一部分作有效成分含量,剩余部分将外盖旋紧装入原包装中,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内按有效成分含量测定方法测试并计算降解率。

5.5.4 杀虫气雾剂

5.5.4.1 防爆烘箱:控温 $(50\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 。

5.5.4.2 天平:分度值不低于0.01 g。

5.5.4.3 试验样品整瓶放置在 $(50\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 的防爆烘箱内14 d,取出试样后于24 h内按有效成分含量测定方法测试并计算降解率。

5.5.5 计算

有效成分的降解率按式(1)进行计算。

$$\text{降解率} = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

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。

5.5.6 未列剂型产品

按国家相关产品标准中的方法执行。

5.5.7 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。

5.6 烟尘量

见附录 E。

5.7 电热蚊香液最低持效期

旋开药液瓶盖,在温度 $(25 \pm 3)^\circ\text{C}$ 、湿度 $(65 \pm 15)\%$ 条件下,连续通电进行试验(药液瓶与配套的电加热器连接)。

5.8 电热蚊香液净含量

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 杀虫气雾剂内压

5.9.1 仪器

5.9.1.1 压力表:量程 0~1.6 MPa,精度 2.5 级。

5.9.1.2 专用接头。

5.9.1.3 计时器。

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

5.9.2 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。

5.10 杀虫气雾剂净含量

5.10.1 杀虫气雾剂净容量

5.10.1.1 仪器

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

5.10.1.1.2 天平:分度值不低于 0.01 g。

5.10.1.2 试验温度

试验温度为 $(25 \pm 3)^\circ\text{C}$ 。

5.10.1.3 测试步骤

取试样称其质量 m_3 ,装配好玻璃气雾剂试管,采用无吸管的阀门,将玻璃气雾剂试管擦拭干净,先注入适量抛射剂 10 mL 左右,然后喷空称其质量 m_4 。

通过一截长约 8 mm、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),在对接之前需充分摇匀,将二者的阀杆对接起来,然后将试样与玻璃气雾剂试管水平放置(见图 1),适当用力挤压,使试样与玻璃气雾剂试管相互接通,使其内容物注入玻璃气雾剂试管中。如转移后的内容物为气相时,则对试样与玻璃气雾剂进行旋转,直至转移后的内容物为液相。当注入内容物约占玻璃气雾剂试管容积的 65%~75%时,停止挤压,取下试样,称取此时玻璃气雾剂的试管质量 m_5 ,将玻璃试管气雾剂置于 $(25 \pm 3)^\circ\text{C}$ 的环境中约 30 min,待其中的内容物液面稳定后,读取液面的刻度,记下 V_1 值。

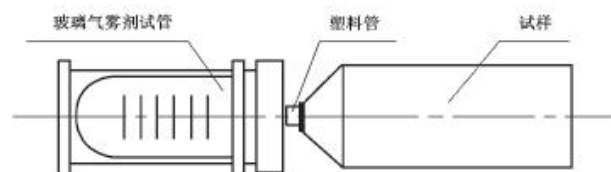


图1 净容量测定装置

5.10.1.4 结果的计算

按式(2)计算每支试样的净容量,以 mL 表示。

$$\text{净容量} = \frac{m_6}{m_5 - m_4} \times V_1 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_4 ——待注入试样内容物的玻璃气雾剂试管的质量,单位为克(g);

m_5 ——注入试样内容物后的玻璃气雾剂试管的质量,单位为克(g);

m_6 ——试样的净质量,单位为克(g);

V_1 ——导入玻璃气雾剂管中的容量,单位为毫升(mL)。

结果判定:杀虫气雾剂净容量不合格,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。

5.10.2 杀虫气雾剂净质量

天平分度值为 0.01 g。

称取试样质量 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,再称取质量 m_4 。按式(3)计算试样的净质量,以 g 表示。

$$\text{净质量} = m_3 - m_4 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_3 ——喷射前质量,单位为克(g);

m_4 ——喷射后质量,单位为克(g)。

5.11 其他剂型产品的净含量

5.11.1 其他剂型产品的净质量

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)计算净质量 m ,以 g 表示:

$$m = m_1 - m_2 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

m_1 ——毛重,单位为克(g);

m_2 ——皮重,单位为克(g)。

5.11.2 其他剂型产品的净容量

药液倒入量筒(量筒分度值为 0.1 mL)测量,读出测试值。

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,在相同的色谱操作条件下,试样溶液某一色谱峰的保留时间与标样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

样品用邻苯二甲酸二丁酯或邻苯二甲酸二戊酯作内标物,在内涂SE-54毛细管柱上进行气相色谱分离和测定。

A.2.1 仪器

A.2.1.1 气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器。

A.2.1.2 色谱柱: $\phi 0.25\text{ mm}\times 30\text{ m}\times 0.25\text{ }\mu\text{m}$,内涂SE-54毛细管柱。

A.2.1.3 微量注射器:10 μL 。

A.2.1.4 磨口三角瓶。

A.2.1.5 天平:分度值为0.1 mg。

A.2.1.6 粉碎机。

A.2.1.7 筛子:标准分样筛0.154 mm(100目/英寸)。

A.2.1.8 滤纸。

A.2.1.9 振荡器。

A.2.2 试剂

A.2.2.1 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。

A.2.2.2 溶剂:丙酮、甲醇(分析纯)。

A.2.2.3 标准样品:烯丙菊酯、炔丙菊酯等。

A.2.3 气相色谱条件

A.2.3.1 温度

A.2.3.1.1 柱温:220 $^{\circ}\text{C}$ 。

A.2.3.1.2 气化温度:250 $^{\circ}\text{C}$ 。

A.2.3.1.3 检测器温度:250 $^{\circ}\text{C}$ 。

A.2.3.2 载气:氮气。

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

A.3 标准溶液的制备

在一支磨口三角瓶中准确称取与被测样品相当的标准样品约0.03 g~0.04 g(精确至0.000 2 g),再称取邻苯二甲酸二丁酯或邻苯二甲酸二戊酯0.015 g~0.025 g(精确至0.000 2 g),加入丙酮溶液甲醇-丙酮混合溶液,充分溶解后,闭塞摇匀,放入冰箱待用。

A.4 样品溶液的制备

A.4.1 样品的前处理

一盒试验样品取中间的一盘粉碎后,过 0.154 mm(100 目/英寸)标准分样筛,取其一半蚊香粉末待用(另一半做热贮稳定性测试)。

A.4.2 蚊香提取液的制备

在磨口三角瓶中准确称取蚊香粉末 10 g~15 g(精确至 0.000 2 g,估计被测成分约为 0.03 g~0.04 g),再称取内标物 0.015 g~0.025 g(精确至 0.000 2 g),最后加入甲醇-丙酮混合溶液(体积比 1:1),以能淹没样品略过量为宜,闭塞在振荡器上充分振荡 20 min,静置过滤至 10 mL 玻璃瓶中,供气相色谱分析。

A.5 测定

在 A.2.3 色谱条件下待仪器稳定后,连续用微量注射器注入标样溶液,直至相邻两针标准物与内标物的峰面积比变化小于 1.5% 时,按标样溶液、样品溶液、样品溶液、标样溶液的顺序进样分析。

A.6 计算

将测得的样品溶液中的样品峰与内标峰面积比及两针标样溶液中两针内标峰与标样峰面积比分别进行平均,按式(A.1)和式(A.2)计算待测有效成分的质量分数 M_x 。

校正因子:

$$f = A_2 \times \frac{m_2}{m_1} \times c_{\text{标}} \quad \text{..... (A.1)}$$

待测成分的质量分数:

$$M_x = f \times \frac{m_{s1}}{m_{i1}} \times A_1 \times 100\% \quad \text{..... (A.2)}$$

式中:

A_1 ——样品溶液中样品峰与内标峰面积比的平均值;

A_2 ——标样溶液中内标峰与标样峰面积比的平均值;

m_{s1} ——样品溶液中内标物的质量,单位为克(g);

m_{s2} ——标样溶液中内标物的质量,单位为克(g);

m_{i1} ——样品溶液中样品的质量,单位为克(g);

m_{i2} ——标样溶液中标准物质的质量,单位为克(g);

$c_{\text{标}}$ ——标准物质的含量,%。

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,在相同的色谱操作条件下,试样溶液某一色谱峰的保留时间与标样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异辛酯作内标物,在内涂 SE-54 毛细管柱上进行气相色谱分离和测定。

B.2.1 仪器

B.2.1.1 气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器。

B.2.1.2 色谱柱: $\phi 0.25\text{ mm}\times 30\text{ m}\times 0.25\text{ }\mu\text{m}$,内涂 SE-54 毛细管柱。

B.2.1.3 微量注射器:10 μL 。

B.2.1.4 磨口试管。

B.2.1.5 磨口三角瓶。

B.2.1.6 天平:分度值为 0.1 mg。

B.2.2 试剂

B.2.2.1 内标物:邻苯二甲酸二丁酯或邻苯二甲酸二异辛酯,不含干扰杂质。

B.2.2.2 溶剂:丙酮、甲醇(分析纯)。

B.2.2.3 标准样品:烯丙菊酯、炔丙菊酯等。

B.2.3 气相色谱条件

B.2.3.1 温度

B.2.3.1.1 柱温:220 $^{\circ}\text{C}$ 。

B.2.3.1.2 气化温度:250 $^{\circ}\text{C}$ 。

B.2.3.1.3 检测器温度:250 $^{\circ}\text{C}$ 。

B.2.3.2 载气:氮气。

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

B.3 标准溶液的制备

在一支磨口试管中准确称取标准样品和内标物(称样量见表 B.1),加入甲醇-丙酮混合溶液,充分溶解后,闭塞摇匀,放入冰箱待用。

表 B.1

内标物	称样量比例	称样量(精确到 0.000 2 g)
邻苯二甲酸二丁酯	标准样品:内标物=1.5~2.0:1	标准样品 0.03 g~0.04 g 内标物 0.015 g~0.020 g
邻苯二甲酸二异辛酯	标准样品:内标物=1:1.2~1.5	标准样品 0.02 g~0.03 g 内标物 0.03 g~0.04 g

B.4 样品溶液的制备

B.4.1 样品的前处理

取一片电热蚊香片,将包装去掉,用剪刀剪成条状后剥开,待用。

B.4.2 电热蚊香片提取液的制备

在一支磨口三角瓶中准确称取邻苯二甲酸二丁酯 0.015 g~0.020 g 或邻苯二甲酸二异辛酯 0.03~0.04 g(精确至 0.000 2 g,以待测成分的量而定),将处理好的电热蚊香片放入试管中,加入甲醇-丙酮混合溶液(体积比 1:1)10 mL,以淹没药片为宜,充分振荡,浸泡 1 h。分析前充分震荡,取上层清液待分析。

B.5 测定

在 B.2.3 色谱条件下待仪器稳定后,连续用微量注射器注入标样溶液,直至相邻两针标准物与内标物的峰面积比变化小于 1.5%时,按标样溶液、样品溶液、样品溶液、标样溶液的顺序进样分析。

B.6 计算

将测得的样品溶液中的样品峰与内标峰面积比及两针标样溶液中两针内标峰与标样峰面积比分别进行平均,按式(B.1)和式(B.2)计算待测有效成分的质量 m_x 。

校正因子:

$$f = A_2 \times \frac{m_g}{m_d} \times c_{\text{标}} \quad \text{.....(B.1)}$$

待测成分的质量:

$$m_x = \frac{1}{f} \times A_1 \times m_d \quad \text{.....(B.2)}$$

式中:

A_1 ——样品溶液中样品峰与内标峰面积比的平均值;

A_2 ——标样溶液中内标峰与标样峰面积比的平均值;

m_{s1} ——样品溶液中内标物的质量,单位为克(g);

m_{s2} ——标样溶液中内标物的质量,单位为克(g);

m_{i2} ——标样溶液中标准物质的质量,单位为克(g);

$c_{\text{标}}$ ——标准物质的含量,%。

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,在相同的色谱操作条件下,试样溶液某一色谱峰的保留时间与标样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作内标物,在内涂 SE-54 毛细管柱上进行气相色谱分离和测定。

C.2.1 仪器

- C.2.1.1 气相色谱仪,具有氢火焰离子化检测器。
- C.2.1.2 色谱柱: $\phi 0.25\text{ mm} \times 30\text{ m} \times 0.25\text{ }\mu\text{m}$,内涂 SE-54 毛细管柱。
- C.2.1.3 微量注射器: $10\text{ }\mu\text{L}$ 。
- C.2.1.4 磨口试管。
- C.2.1.5 磨口三角瓶。
- C.2.1.6 天平:分度值为 0.1 mg 。
- C.2.1.7 带橡皮头的滴管。

C.2.2 试剂

- C.2.2.1 内标物:邻苯二甲酸二丁酯,不含干扰杂质。
- C.2.2.2 溶剂:丙酮、甲醇(分析纯)。
- C.2.2.3 标准样品:烯丙菊酯、炔丙菊酯等。

C.2.3 气相色谱条件

- C.2.3.1 温度
 - C.2.3.1.1 柱温: $220\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。
 - C.2.3.1.2 气化温度: $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。
 - C.2.3.1.3 检测器温度: $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。
- C.2.3.2 载气:氮气。

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

C.3 标准溶液的制备

在一支磨口三角瓶中准确称取与被测样品相当的标准样品约 $0.03\text{ g} \sim 0.04\text{ g}$ (精确至 $0.000\text{ }2\text{ g}$),再称取邻苯二甲酸二丁酯 $0.015\text{ g} \sim 0.025\text{ g}$ (精确至 $0.000\text{ }2\text{ g}$),加入甲醇-丙酮混合溶液,充分溶解后,闭塞摇匀,放入冰箱待用。

C.4 样品溶液的制备

在一支磨口试管中准确称取待分析的电热蚊香液 $1\text{ g} \sim 4\text{ g}$ (精确至 $0.000\text{ }2\text{ g}$,估计被测成分约为 $0.03\text{ g} \sim 0.04\text{ g}$),再称取邻苯二甲酸二丁酯 $0.015\text{ g} \sim 0.025\text{ g}$ (精确至 $0.000\text{ }2\text{ g}$),闭塞摇匀,待分析。

C.5 测定

在 C.2.3 色谱条件下待仪器稳定后,连续用微量注射器注入标样溶液,直至相邻两针标准物与内

标物的峰面积比变化小于 1.5% 时,按标样溶液、样品溶液、样品溶液、标样溶液的顺序进样分析。

C.6 计算

将测得的样品溶液中的样品峰与内标峰面积比及两针标样溶液中两针内标峰与标样峰面积比分别进行平均,按式(C.1)和式(C.2)计算待测有效成分的质量分数 M_x 。

校正因子:

$$f = A_2 \times \frac{m_{s2}}{m_{s1}} \times c_{\text{标}} \quad \dots\dots\dots (C.1)$$

待测成分的质量分数:

$$M_x = f \times \frac{m_{s1}}{m_{i1}} \times A_1 \times 100\% \quad \dots\dots\dots (C.2)$$

式中:

A_1 ——样品溶液中样品峰与内标峰面积比的平均值;

A_2 ——标样溶液中内标峰与标样峰面积比的平均值;

m_{s1} ——样品溶液中内标物的质量,单位为克(g);

m_{s2} ——标样溶液中内标物的质量,单位为克(g);

m_{i1} ——样品溶液中样品的质量,单位为克(g);

m_{i2} ——标样溶液中标准物质的质量,单位为克(g);

$c_{\text{标}}$ ——标准物质的含量,%。

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,在相同的色谱操作条件下,试样溶液某一色谱峰的保留时间与标样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作内标物,在内涂 SE-54 毛细管柱上进行气相色谱分离和测定。

D.2.1 仪器

D.2.1.1 气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器。

D.2.1.2 色谱柱: $\phi 0.25\text{ mm} \times 30\text{ m} \times 0.25\text{ }\mu\text{m}$,内涂 SE-54 毛细管柱。

D.2.1.3 微量注射器:10 μL 。

D.2.1.4 磨口试管。

D.2.1.5 容量瓶:50 mL、100 mL。

D.2.1.6 天平:分度值为 0.1 mg。

D.2.1.7 带橡皮头的滴管。

D.2.2 试剂

D.2.2.1 内标物:邻苯二甲酸二戊酯,不含干扰杂质。

D.2.2.2 溶剂:丙酮或无水乙醇(分析纯)。

D.2.2.3 标准样品:烯丙菊酯、炔丙菊酯、胺菊酯、苯醚氰菊酯、氯菊酯、氯氰菊酯等。

D.2.3 气相色谱条件

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

气化温度:270 $^{\circ}\text{C}$ 。

检测器温度:270 $^{\circ}\text{C}$ 。

D.2.3.2 载气:氮气。

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

D.3 内标溶液的制备

在 100 mL 容量瓶中,称取相应的内标物 0.3 g~0.5 g(精确至 0.000 2 g),用丙酮或无水乙醇溶解并定容至刻度摇匀备用。

D.4 标准溶液的制备

在一支 50 mL 容量瓶中准确称取与需测样品相当量的各种标准样品 m_1 (精确至 0.000 2 g),加入内标溶液 5 mL,充分溶解后定容,闭塞摇匀,放入冰箱待用。

方法一：

D.5 样品溶液的制备

在一洁净的 50 mL 容量瓶中加入丙酮或无水乙醇 10 mL, 将整瓶气雾剂充分摇匀, 预喷几次, 用带导管的喷头(导管的一头浸入丙酮或无水乙醇中)慢慢喷入约 10 g 药液(用减重法得出质量 m_2 , 精确至 0.001 g)可放入 55 ℃ 水浴中, 将推进剂慢慢赶净后(直至无明显气泡), 加入内标溶液 5 mL 后用丙酮或无水乙醇定容至刻度摇匀备用。

D.6 测定

在 D.2.3 色谱条件下待仪器稳定后, 连续用微量注射器注入标样溶液, 直至相邻两针标准物与内标物的峰面积比变化小于 1.5% 时, 按标样溶液、样品溶液、样品溶液、标样溶液的顺序进样分析。

D.7 计算

将测得的样品溶液中的样品峰与内标峰面积比及两针标样溶液中两针内标峰与标样峰面积比分别进行平均, 按式(D.1)和式(D.2)计算待测有效成分的质量分数 M_x 。

校正因子:

$$f = A_2 \times \frac{m_{i2}}{m_{s2}} \times C_{\text{标}} \quad \text{..... (D.1)}$$

待测成分的质量分数:

$$M_x = f \times \frac{m_{s1}}{m_{i1}} \times A_1 \times 100\% \quad \text{..... (D.2)}$$

式中:

A_1 ——样品溶液中样品峰与内标峰面积比的平均值;

A_2 ——标样溶液中内标峰与标样峰面积比的平均值;

m_{s1} ——样品溶液中内标物的质量, 单位为克(g);

m_{s2} ——标样溶液中内标物的质量, 单位为克(g);

m_{i1} ——样品溶液中样品的质量, 单位为克(g);

m_{i2} ——标样溶液中标准物质的质量, 单位为克(g);

$C_{\text{标}}$ ——标准物质的含量, %。

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。

方法二：

D.8 标准溶液的制备

在一支磨口试管中准确称取与需测样品相当量的各种标准样品(精确至 0.000 2 g), 再称取邻苯二甲酸二戊酯 0.015 g~0.025 g(精确至 0.000 2 g), 加入丙酮溶液 5 mL, 充分溶解后, 闭塞摇匀, 放入冰箱待用。

D.9 样品的前处理

取一罐气雾剂样品, 将其置于约 -15 ℃ 低温箱中放置 4 h 取出, 在罐的顶部开一个直径约 0.2 mm

的小孔,在 46℃ 水浴中放置 1 h,让抛射剂缓慢挥发掉,再将孔扩大,倒出料液。

D.10 样品液的制备

在一支磨口试管中准确称取气雾剂料液 10 g(精确至 0.000 2 g,视待测物质的量而定),再称取邻苯二甲酸二戊酯 0.015 g~0.025 g,闭塞摇匀,待分析。

D.11 测定

在 D.2.3 色谱条件下待仪器稳定后,连续用微量注射器注入标样溶液,直至相邻两针标准物与内标物的峰面积比变化小于 1.5% 时,按标样溶液、样品溶液、样品溶液、标样溶液的顺序进样分析。

D.12 计算

将测得的样品溶液中的样品峰与内标峰面积比及两针标样溶液中两针内标峰与标样峰面积比分别进行平均,按式(D.3)、式(D.4)和式(D.5)计算待测成分的质量分数 M_x 。

校正因子:

$$f = A_2 \times \frac{m_2}{m_1} \times c_{\text{标}} \quad \text{..... (D.3)}$$

待测成分的质量分数:

$$M_x = f \times \frac{m_{s1}}{m_{i1}} \times A_1 \times 100\% \quad \text{..... (D.4)}$$

$$M_x = M_{x1} \times \frac{m_2}{m_1} \quad \text{..... (D.5)}$$

式中:

A_1 ——样品溶液中样品峰与内标峰面积比的平均值;

A_2 ——标样溶液中内标峰与标样峰面积比的平均值;

m_{s1} ——样品溶液中内标物的质量,单位为克(g);

m_{s2} ——标样溶液中内标物的质量,单位为克(g);

m_{i1} ——样品溶液中样品的质量,单位为克(g);

m_{i2} ——标样溶液中标准物质的质量,单位为克(g);

$c_{\text{标}}$ ——标准物质的含量,%;

m_1 ——整罐气雾剂样品质量,单位为克(g),精确至 0.001 g;

m_2 ——倒出料液后空罐质量,单位为克(g),精确至 0.001 g;

m_3 ——药液的质量,单位为克(g),精确至 0.001 g;

M_{x1} ——药液中待测成分的质量分数,%;

M_x ——产品中待测成分的质量分数,%。

附录 E
(规范性附录)
蚊香烟尘量测试方法

E.1 仪器设备

- a) 蚊香烟尘量测试仪(见图 E.1);
- b) 不锈钢镊子;
- c) 分析天平(分度值 0.1 mg);
- d) 干燥器(内装变色硅胶)。

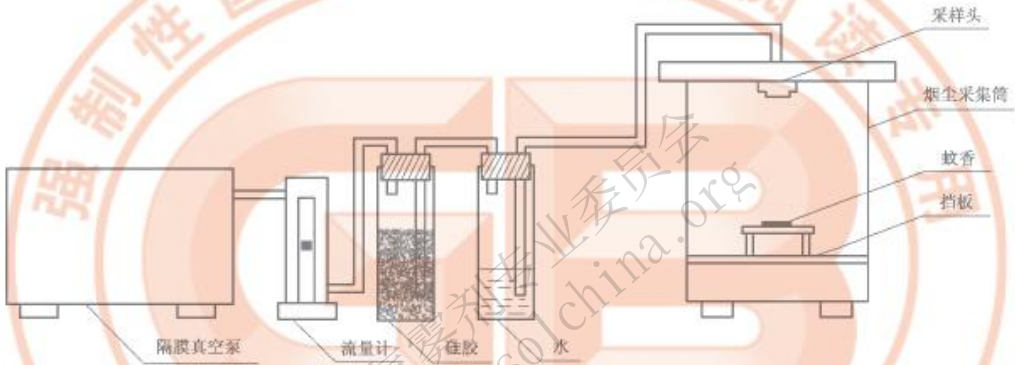


图 E.1 仪器设备示意图

E.2 滤纸

超细玻璃纤维滤纸直径 40 mm, 微孔 0.3 μm 。

E.3 步骤

将蚊香及滤纸在干燥器中放置 4 h 后开始试验。将采样头安装在采集筒上盖中心处, 将超细玻璃纤维滤纸用分析天平称量, 将滤纸固定在采样头上。从被测蚊香上截取一段蚊香作为被测样品, 称量至 $(0.60 \pm 0.05)\text{g}$ 。调节采样气体流量计至刻度 5 L/min, 将被测蚊香样品点燃放在采样筒内, 置于筒底中心位置使其对准采样头, 采样滤纸距蚊香的高度为 10 cm, 待被测蚊香样品燃尽后将滤纸取下放入干燥器内, 1 h 后用分析天平称量。

同时用另一滤纸作采样筒内空白对照。

按式(E.1)进行烟尘量 X 的计算, 以 mg/g 表示。

$$X = \frac{(m_2 - m_1) - (m_4 - m_3)}{m} \times 1000 \quad \dots\dots\dots (\text{E.1})$$

式中:

m_1 ——采样前滤纸质量, 单位为克(g);

- m_2 ——采样后滤纸质量,单位为克(g);
 m_3 ——采样前对照滤纸质量,单位为克(g);
 m_4 ——采样后对照滤纸质量,单位为克(g);
 m ——被测样品质量,单位为克(g)。
-



中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
家用卫生杀虫用品安全通用技术条件

GB 24330—2009

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

开本 880×1230 1/16 印张 1.5 字数 34 千字
2009 年 11 月第一版 2009 年 11 月第一次印刷

书号: 155066 · 1-39124

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话: (010)68533533



GB 24330—2009