



中华人民共和国国家标准

GB/T 31266—2014

过磷酸钙中三氯乙醛含量的测定

Determination of chloral content for superphosphate

2014-12-05 发布

2015-02-07 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。

本标准由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会磷复肥分技术委员会(SAC/TC 105/SC 3)归口。

本标准起草单位:上海天科化工检测有限公司、云南云天化国际化工有限公司、云南省化工研究院。

本标准主要起草人:章明洪、蔡学红、桂素萍、林建、陈萌、李周、高文君。

过磷酸钙中三氯乙醛含量的测定

1 范围

本标准规定了过磷酸钙中三氯乙醛含量的测定方法。

本标准适用于过磷酸钙中三氯乙醛含量的测定。

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。

HG/T 2843 化肥产品 化学分析中常用标准滴定溶液、标准溶液、试剂溶液和指示剂溶液

3 试验方法

警告:试剂中的异丙醇易燃、三氯乙醛有刺激性气味,试验人员应进行适当防护。本标准并未指出所有可能的安全问题,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规定的条件。

本标准中所用试剂、水和溶液的配制,在未注明规格和配制方法时,均应符合 HG/T 2843 之规定。

3.1 原理

样品中的三氯乙醛用异丙醇提取,采用气相色谱法、微电子捕获检测器(ECD)进行检测。

3.2 试剂

3.2.1 异丙醇,农残级。

3.2.2 三氯乙醛标准溶液,0.5 mg/mL。称取相当于 0.050 0 g 三氯乙醛的水合氯醛(准确至 0.000 2 g),溶于异丙醇中,转移至 100 mL 容量瓶中,用异丙醇稀释至刻度,摇匀。

3.2.3 高纯氮气。

3.3 仪器

3.3.1 一般实验室仪器。

3.3.2 振荡器。

3.3.3 针头过滤器:备孔径 0.45 μm 有机相滤膜。

3.3.4 气相色谱仪:带微电子捕获检测器。

3.3.5 微量移液器:20 μL ~200 μL ,100 μL ~1 000 μL 。

3.4 分析步骤

3.4.1 标准溶液的配制

分别移取 0 μL 、100 μL 、200 μL 、400 μL 、800 μL 三氯乙醛标准溶液于 50 mL 量瓶中,用异丙醇稀释至刻度,摇匀,得到三氯乙醛的异丙醇标准溶液系列,此标准溶液的浓度分别为 0 $\mu\text{g/mL}$ 、1 $\mu\text{g/mL}$ 、

GB/T 31266—2014

2 $\mu\text{g/mL}$ 、4 $\mu\text{g/mL}$ 、8 $\mu\text{g/mL}$ 。

3.4.2 试样溶液的制备

做两份试料的平行测定。

称取试样 2.5 g(准确至 0.000 2 g)置于 50 mL 量瓶中,加入 25 mL 异丙醇,振荡 15 min 后用异丙醇稀释至刻度,摇匀,静置,用 0.45 μm 有机相滤膜过滤,得试样溶液。

3.4.3 空白溶液的制备

除不加试样外,其他步骤同试样溶液的制备。

3.4.4 气相色谱分析条件

推荐的气相色谱操作条件见表 1,典型的三氯乙醛气相色谱图见图 1。可根据仪器不同,选择最佳操作条件。

表 1 气相色谱操作条件

色谱柱	HP-5, 30 m $\times$ 0.32 mm $\times$ 0.25 μm
流速	5 mL/min
进样量	1 μL
柱温	初始温度 80 $^{\circ}\text{C}$,以 20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速度升温至 140 $^{\circ}\text{C}$ 并在 140 $^{\circ}\text{C}$ 恒温 3 min
检测器温度	进样口温度 240 $^{\circ}\text{C}$;检测器温度 240 $^{\circ}\text{C}$

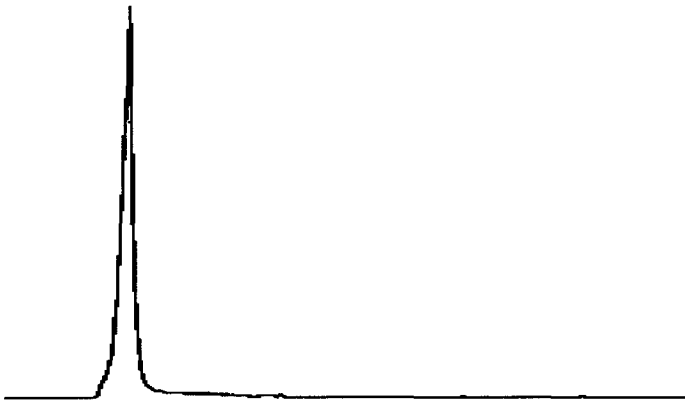


图 1 典型的三氯乙醛气相色谱图

3.4.5 测定

参照仪器操作说明书,将气相色谱仪调节至最佳测定状态。分别将三氯乙醛标准系列溶液进行测定,每个浓度重复测定两次。以测得的峰面积均值为纵坐标,对应的三氯乙醛标准溶液浓度($\mu\text{g/mL}$)为横坐标绘制标准曲线或回归线性方程。

在测定标准溶液系列的同时对试样溶液进行测定,如试样溶液中三氯乙醛浓度超出标准曲线浓度范围,应将试样溶液用异丙醇(见 3.2.1)稀释一定倍数后再进行测定。根据测得的峰面积,由标准曲线或线性回归方程得到试样溶液中三氯乙醛的浓度($\mu\text{g/mL}$)。

3.4.6 空白试验

采用空白溶液,其他步骤同样品测定。

3.5 分析结果的表述

三氯乙醛的含量 X ,数值以 mg/kg 表示,按式(1)计算:

$$X = \frac{(c - c_0) \times V \times D}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c ——试样溶液中三氯乙醛的浓度的数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

c_0 ——空白溶液中三氯乙醛的浓度的数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——试样溶液总体积;

D ——测定时试样溶液的稀释倍数;

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位,取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

3.6 允许差

平行测定结果的相对偏差不大于 30%;

不同实验室测定结果的相对偏差不大于 50%。
