

ICS 65.100.10
G 25



中华人民共和国国家标准

GB 22609—2008

丁硫克百威原药

Carbosulfan Technical

2008-12-17 发布

2009-06-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准的第3章、第5章是强制性的,其余是推荐性的。

本标准修改采用FAO规格417/TC/S/F(1991)《丁硫克百威原药》(英文)。

本标准修改采用国外先进标准的方法为重新起草法。

本标准与FAO规格《丁硫克百威原药》的主要技术性差异:

- 1) 本标准丁硫克百威质量分数是 $\geq 90\%$,FAO规格是 $\geq 890\text{ g/kg}$ ($\geq 89\%$)。
- 2) 本标准控制杂质克百威质量分数是 $\leq 0.2\%$,FAO规格是 $\leq 2\text{ g/kg}$ ($\leq 0.2\%$)。
- 3) 本标准控制杂质丙酮不溶物含量,FAO规格无该项指标。
- 4) 综合我国产品的实际质量情况,碱度指标为 $\leq 0.05\%$,而FAO规格为 $\leq 0.2\text{ g/kg}$ ($\leq 0.02\%$)。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会(SAC/TC 133)归口。

本标准负责起草单位:沈阳化工研究院。

本标准参加起草单位:湖南海利化工股份有限公司、江苏常隆化工有限公司、浙江禾田化工有限公司。

本标准主要起草人:高晓晖、管艳坤、郑静宇、张中泽、韩萍、陈平、余淑英。

丁硫克百威原药

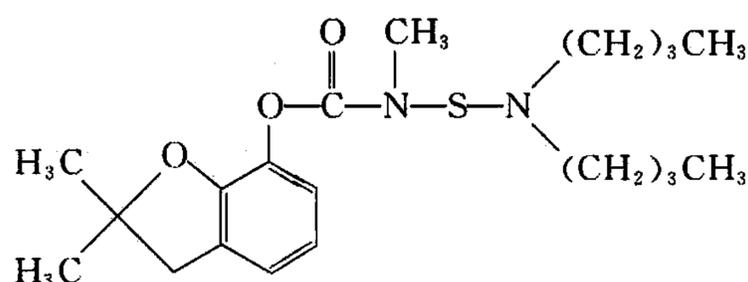
该产品有效成分丁硫克百威的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO 通用名称：Carbosulfan

CIPAC 数字代码：417

化学名称：2,3-二氢-2,2-二甲基苯并呋喃-7-基(二丁基氨基硫)甲基氨基甲酸酯。

结构式：



实验式： $C_{20}H_{32}N_2O_3S$

相对分子质量：380.5（按 2007 国际相对原子质量计）

生物活性：杀虫

沸点：124 °C~128 °C

蒸气压(25 °C)：0.041 mPa

溶解度(25 °C)：水中 0.3 mg/L，与大多有机溶剂混溶，如：二甲苯、正己烷、三氯甲烷、二氯甲烷、乙醇、甲醇、丙酮等

稳定性：在水溶液中水解， DT_{50} (25 °C) 在纯水中小于 1 h(pH4)，22 h(pH6)，7.6 d(pH7)，14.2 d(pH8)，14.2 d(pH8)，大于 58.3 d(pH9)

1 范围

本标准规定了丁硫克百威原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由丁硫克百威及其生产中产生的杂质组成的丁硫克百威原药。

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/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 1600—2001 农药水分测定方法

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 19138 农药丙酮不溶物测定方法

3 要求

3.1 外观

本品应为褐色粘稠液体。

3.2 技术指标

丁硫克百威原药应符合表 1 要求。

表 1 丁硫克百威原药控制项目指标

项 目	指 标
丁硫克百威质量分数/%	≥ 90.0
克百威质量分数/%	≤ 2.0
丙酮不溶物质量分数 ^a /%	≤ 0.2
水分质量分数/%	≤ 0.2
碱度(以 NaOH 计)/%	≤ 0.05

^a 正常生产时,丙酮不溶物质量分数每 3 个月至少测定一次。

4 试验方法

4.1 抽样

按 GB/T 1605—2001 中“原药采样”方法进行。用随机数表法确定抽样的包装件,最终抽样量应不少于 100 g。

4.2 鉴别试验

高效液相色谱法——本鉴别试验可与丁硫克百威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丁硫克百威色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

红外光谱法——试样与标样在 4 000 cm⁻¹ ~ 400 cm⁻¹ 范围内的红外吸收光谱图应无明显差异。丁硫克百威标样红外光谱图见图 1。

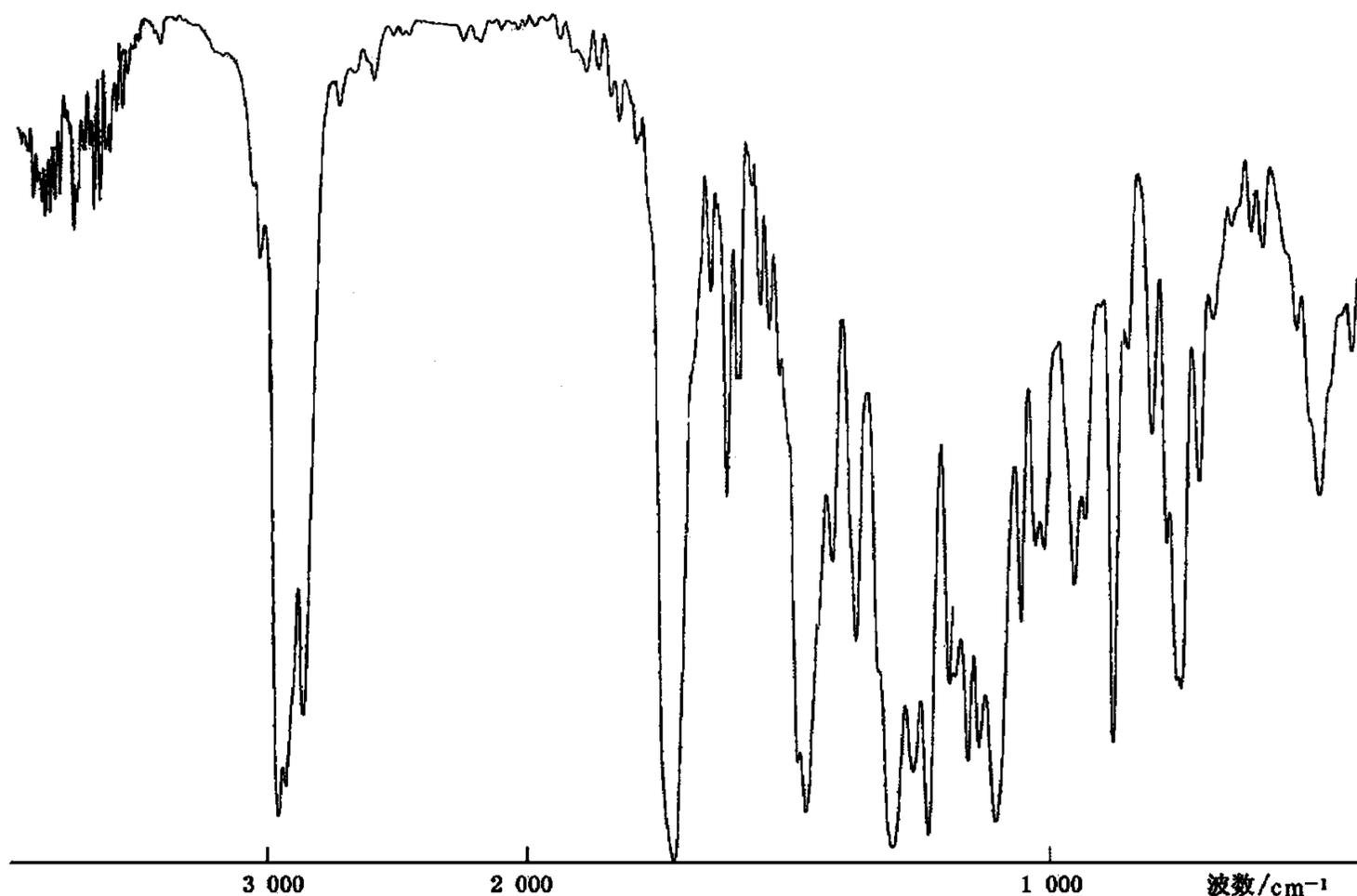


图 1 丁硫克百威标样红外光谱图

4.3 丁硫克百威(克百威)质量分数的测定

4.3.1 方法提要

试样用甲醇溶解,以甲醇+水为流动相,使用以 Agilent TC-C18 为填料的不锈钢柱和紫外检测器(280 nm),对试样中的丁硫克百威(克百威)进行反相高效液相色谱分离,外标法定量。

4.3.2 试剂和溶液

甲醇:色谱级;

水:新蒸二次蒸馏水;

丁硫克百威标样:已知质量分数 $w \geq 98.0\%$ 。

克百威标样:已知质量分数 $w \geq 99.0\%$ 。

克百威标样溶液的制备:称取克百威标样 0.05 g(精确至 0.000 2 g)置于 50 mL 容量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀。

4.3.3 仪器

高效液相色谱仪:具有可变波长紫外检测器;

色谱数据处理机或工作站;

色谱柱:250 mm×4.6 mm(i. d.)不锈钢柱,内装 Agilent TC-C18、5 μm 填充物(或具等效效果的色谱柱);

过滤器:滤膜孔径约 0.45 μm ;

微量进样器:50 μL ;

定量进样管:5 μL ;

超声波清洗器。

4.3.4 高效液相色谱操作条件

流动相: ψ (甲醇:水)=88:12,经滤膜过滤,并进行脱气;

流量:1.0 mL/min;

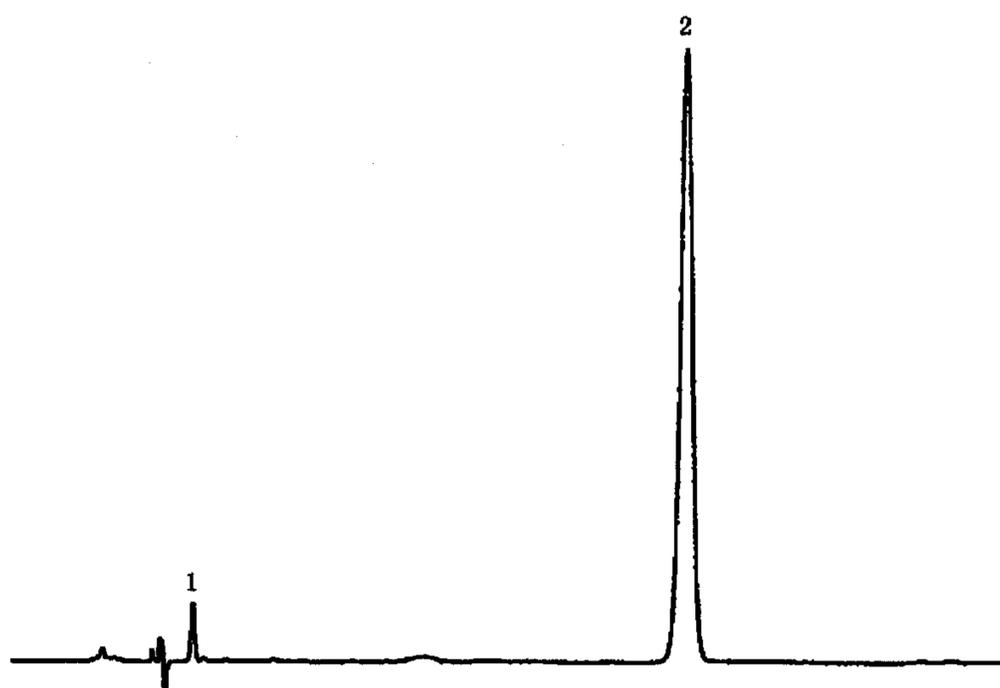
柱温:室温(温差变化应不大于 2 $^{\circ}\text{C}$);

检测波长:280 nm;

进样体积:5 μL ;

保留时间:克百威 3.6 min,丁硫克百威 13.8 min。

上述操作参数是典型的,可根据不同仪器特点,对给定的操作参数作适当调整,以期获得最佳效果。典型的丁硫克百威原药高效液相色谱图见图 2。



1——克百威;

2——丁硫克百威。

图 2 丁硫克百威原药的高效液相色谱图

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液的制备

称取丁硫克百威标样 0.1 g(精确至 0.000 2 g),置于 50 mL 容量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀。用移液管准确移取 10 mL 上述溶液置于另一 50 mL 容量瓶中,再用另一只 2 mL 移液管移取克百威标样溶液于同一容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

4.3.5.2 试样溶液的制备

称取含丁硫克百威 0.1 g(精确至 0.000 2 g)的试样,置于 50 mL 容量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀。用移液管准确移取 10 mL 上述溶液置于另一 50 mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

4.3.5.3 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,直至相邻两针丁硫克百威峰面积相对变化小于 1.0%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。

4.3.6 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丁硫克百威的峰面积(克百威的峰面积)分别进行平均。试样中丁硫克百威(克百威)的质量分数 w_1 (%),按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot w}{A_1 \cdot m_2} \times f \dots\dots\dots(1)$$

式中:

A_1 ——标样溶液中,丁硫克百威峰面积(克百威峰面积)的平均值;

A_2 ——试样溶液中,丁硫克百威峰面积(克百威峰面积)的平均值;

m_1 ——标样的质量,单位为克(g);

m_2 ——试样的质量,单位为克(g);

w ——标样中丁硫克百威(克百威)的质量分数,以%表示;

f ——稀释倍数,对丁硫克百威 $f=1$,克百威 $f=0.2$ 。

4.3.7 允许差

丁硫克百威质量分数两次平行测定结果之差应不大于 1.5%,克百威质量分数两次平行测定结果之差应不大于 0.2%,取其算术平均值作为测定结果。

4.4 丙酮不溶物的测定

按 GB/T 19138 测定。

4.5 水分的测定

按 GB/T 1600—2001 中的“卡尔·费休法”中“2.1.2 卡尔·费休-库仑滴定仪器测定法”进行。

4.6 碱度的测定

4.6.1 试剂和溶液

体积分数 95%的乙醇;

盐酸标准滴定溶液 $c(\text{HCl})=0.02 \text{ mol/L}$,按 GB/T 601 配制和标定;

甲基红乙醇溶液: $\rho(\text{甲基红})2 \text{ g/L}$;

溴甲酚绿乙醇溶液: $\rho(\text{溴甲酚绿})1 \text{ g/L}$;

混合指示剂: $\psi(\text{甲基红乙醇溶液}:\text{溴甲酚绿乙醇溶液})=1:3$ 。

4.6.2 测定步骤

称取试样 2 g(精确至 0.000 2 g),置于一个 250 mL 锥形瓶中,加入 95%乙醇 100 mL,摇动使试样溶解。加入 5 滴混合指示剂,用盐酸标准滴定溶液滴定,溶液由绿色变为黄色即为终点。同时做空白测定。

4.6.3 计算

试样的碱度 w_2 (%),按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{c(V_1 - V_0)M}{m \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- c ——盐酸标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_1 ——滴定试样溶液,消耗盐酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_0 ——滴定空白溶液,消耗盐酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- m ——试样的质量,单位为克(g);
- M ——氢氧化钠(NaOH)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=40$)。

4.7 产品的检验与验收

应符合 GB/T 1604 的规定。极限数值处理,采用修约值比较法。

5 标志、标签、包装、贮运

- 5.1 丁硫克百威原药的标志、标签、包装,应符合 GB 3796 的规定。
- 5.2 丁硫克百威原药应用聚乙烯塑料桶或衬塑铁桶包装,每桶净含量应不大于 200 kg。
- 5.3 根据用户要求或订货协议,可以采用其他形式的包装,但应符合 GB 3796 的规定。
- 5.4 丁硫克百威原药包装件应贮存在通风、干燥的库房中。
- 5.5 贮运时,严防潮湿和日晒,不得与食物、种子、饲料混放,避免与皮肤、眼睛接触,防止由口鼻吸入。
- 5.6 **安全:**丁硫克百威属中等毒杀虫剂。使用本品应戴好防护手套、口罩,穿干净防护服。使用后应立即用清水和肥皂洗净。如发生中毒现象,应及时去医院治疗。
- 5.7 **验收期:**丁硫克百威原药验收期为 1 个月。从交货之日起,在一个月內,完成产品质量验收,其各项指标均应符合标准要求。