

ICS 65.100.10  
G 25



# 中华人民共和国国家标准

GB 22612—2008

---

## 杀螟丹原药

Cartap hydrochloride 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:江苏天容集团股份有限公司、青岛海利尔药业有限公司。

本标准主要起草人:梅宝贵、邢红、王强、温劲。

## 杀 螟 丹 原 药

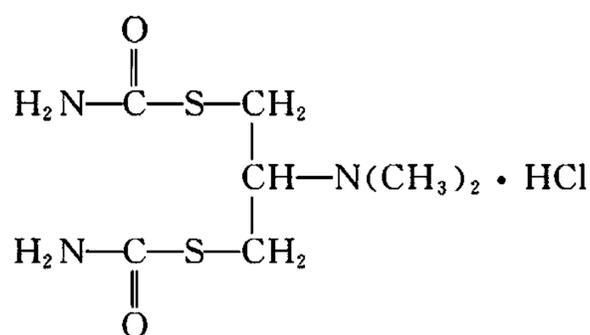
该产品有效成分杀螟丹的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

通用名称：杀螟丹

ISO 通用名称：Cartap hydrochloride

化学名称：1,3-二(氨基甲酰硫)-2-二甲氨基丙烷盐酸盐

结构式：



实验式： $\text{C}_7\text{H}_{16}\text{ClN}_3\text{O}_2\text{S}_2$

相对分子质量：273.8（按 2007 国际相对原子质量计）

生物活性：杀虫

熔点：179 °C~181 °C（分解）

蒸气压（25 °C）：很小

溶解度（25 °C）：水中约 200 g/L，微溶于甲醇、乙醇，不溶于丙酮、乙醚、乙酸乙酯、三氯甲烷、苯、正己烷等有机溶剂

稳定性：在酸性条件下稳定，在中性和碱性介质中水解。具有吸湿性，无腐蚀性

### 1 范围

本标准规定了杀螟丹原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由杀螟丹及其生产中产生的杂质组成的杀螟丹原药。

### 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 1600 农药水分测定方法

GB/T 1601 农药 pH 值的测定方法

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

### 3 要求

#### 3.1 外观

白色粉末或白色晶体。

#### 3.2 技术指标

杀螟丹原药应符合表 1 要求。

表 1 杀螟丹原药控制项目指标

项 目	指 标
杀螟丹质量分数/%	$\geq$ 97.0
水分质量分数/%	$\leq$ 1.0
水不溶物质量分数 <sup>a</sup> /%	$\leq$ 0.2
pH 值范围	3.0~6.0

<sup>a</sup> 正常生产时,水不溶物质量分数每 3 个月至少测定一次。

#### 4 试验方法

##### 4.1 抽样

按 GB/T 1605—2001 中“商品原药采样”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

下列方法可任选其一。当用一种方法不能鉴别时,应再使用另一种方法加以确定。

红外光谱法——试样与杀螟丹标样在  $4\ 000\ \text{cm}^{-1}$ ~ $400\ \text{cm}^{-1}$  的红外吸收光谱图应没有明显区别。杀螟丹标样红外光谱图见图 1。

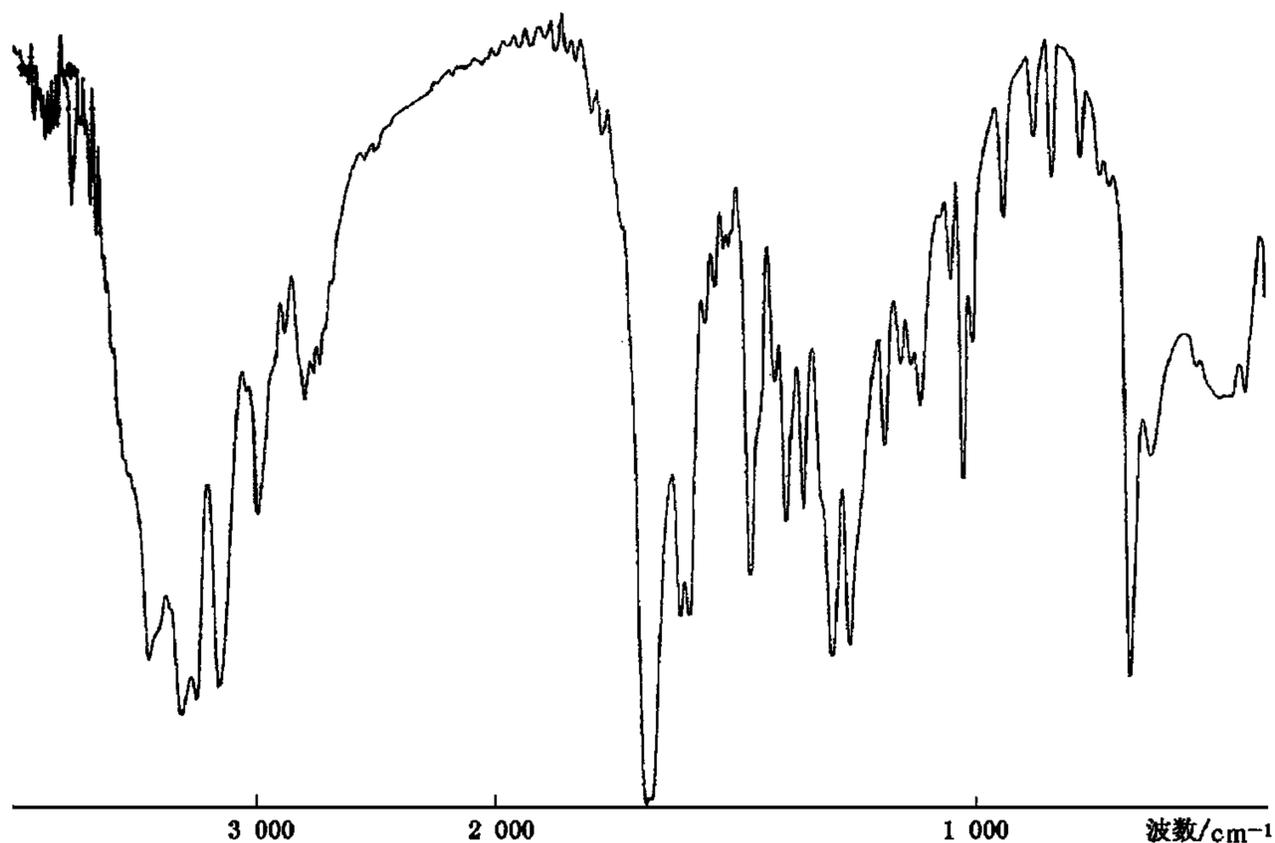


图 1 杀螟丹标样的红外光谱图

高效液相色谱法——本鉴别试验可与杀螟丹质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中某一色谱峰的保留时间与杀螟丹标样溶液中杀螟丹色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

##### 4.3 杀螟丹质量分数的测定

###### 4.3.1 方法提要

试样用磷酸水溶液溶解,以庚磺酸钠溶液+乙腈为流动相,使用以 Capcell-Pak  $C_{18}$  为填料的不锈钢柱和紫外检测器(225 nm),对试样中的杀螟丹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

乙腈:色谱级;

水:新蒸二次蒸馏水;

磷酸;

磷酸水溶液:水用磷酸调 pH 值至 2.5;

庚磺酸钠;

三乙胺;

庚磺酸钠溶液:称取 3.64 g 庚磺酸钠于 1 L 的广口瓶中,加入 900 mL 二次蒸馏水振摇使之溶解,加入 16 mL 磷酸;再用三乙胺调 pH 至 2.0;

杀螟丹标样:已知质量分数  $w \geq 99.0\%$ 。

#### 4.3.3 仪器

高效液相色谱仪:具有可变波长紫外检测器;

色谱数据处理机或色谱工作站;

色谱柱:200 mm×4.6 mm(i. d.) 不锈钢柱,内装 Capcell-Pak C<sub>18</sub>、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:10 μL;

超声波清洗器。

#### 4.3.4 高效液相色谱操作条件

流动相: $\phi$ (庚磺酸钠溶液:乙腈)=90:10,用 0.45 μm 滤膜过滤,超声 10 min 后备用;

流速:1.0 mL/min;

柱温:室温(温差变化应不大于 2 ℃);

检测波长:225 nm;

进样体积:10 μL;

保留时间:7.4 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。典型的杀螟丹原药高效液相色谱图见图 2。



1——杀螟丹。

图 2 杀螟丹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 0.05 g(精确至 0.000 2 g)杀螟丹标样,置于 50 mL 容量瓶中,用磷酸水溶液溶解并稀释至刻

度,摇匀。

4.3.5.2 试样溶液的制备

称取含杀螟丹 0.05 g(精确至 0.000 2 g)的试样,置于 50 mL 容量瓶中,用磷酸水溶液溶解并稀释至刻度,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,直至相邻两针杀螟丹峰面积相对变化小于 1.5%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。

4.3.5.4 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杀螟丹峰面积分别进行平均。试样中杀螟丹的质量分数  $w_1$ (%)按式(1)计算:

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

式中:

$A_1$ ——标样溶液中,杀螟丹峰面积的平均值;

$A_2$ ——试样溶液中,杀螟丹峰面积的平均值;

$m_1$ ——杀螟丹标样的质量,单位为克(g);

$m_2$ ——试样的质量,单位为克(g);

$w$ ——杀螟丹标样的质量分数,以%表示。

4.3.6 允许差

杀螟丹质量分数两次平行测定结果之差应不大于 1.2%,取其算术平均值作为测定结果。

4.4 水分的测定

按 GB/T 1600 中“共沸法”进行。

4.5 水不溶物的测定

4.5.1 试剂和仪器

锥形瓶:250 mL;

玻璃砂芯坩埚:G3;

烘箱:105 °C±2 °C;

吸滤瓶:500 mL。

4.5.2 测定方法

称取 10 g 试样(精确至 0.01g),放入锥形瓶中,加入 100 mL 水溶液,振摇使试样溶解立刻通过已恒重(精确至 0.000 2 g)的坩埚过滤,再用 60 mL 水,分三次洗涤锥形瓶,抽滤。将坩埚置于烘箱中干燥 2 h,取出置于干燥器中冷却,称量(精确至 0.000 2 g)。

4.5.3 计算

试样中水不溶物  $w_2$ (%)按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$m_1$ ——试样和称量瓶烘干前的质量,单位为克(g);

$m_0$ ——试样和称量瓶烘干后的质量,单位为克(g);

$m$ ——试样的质量,单位为克(g)。

4.5.4 允许差

两次平行测定结果之相对偏差应不大于 30%,取其算术平均值作为测定结果。

4.6 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

#### 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 杀螟丹原药的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定。

5.2 杀螟丹原药应用清洁、干燥的聚丙烯桶包装,每桶净含量为 25 kg。

5.3 根据用户要求或订货协议可采用其他形式的包装,但应符合 GB 3796 的规定。

5.4 杀螟丹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:杀螟丹为中等毒性杀虫剂。吞噬或吸入均会中毒。使用本品应戴防护手套、防毒面具,穿干净的防护服。施药后,应立即用肥皂和水洗净。如发生中毒现象,请立即送医院治疗。

5.7 验收期:杀螟丹原药验收期为 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。