

ICS 65.100.10  
G 25



# 中华人民共和国国家标准

GB 22611—2008

---

## 丁硫克百威乳油

Carbosulfan emulsifiable concentrates

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/EC/S/F(1991)《丁硫克百威乳油》(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《丁硫克百威乳油》的主要技术性差异:

- 1) 本标准丁硫克百威乳油有两个规格,20%的质量分数是 $20.0 \pm 1.2$ ,200 g/L质量分数是 $21.0 \pm 1.2$ ,质量浓度是 $200 \pm 12$ ,FAO规格没有规定乳油的具体浓度,仅对标明含量 $\leq 500$  g/kg的乳油规定了允许波动范围即标明含量的 $\pm 5\%$ 。
- 2) 本标准控制杂质克百威质量分数是 $\leq 0.5\%$ ,FAO规格是不大于测得的丁硫克百威含量的2%。
- 3) 本标准水分指标为 $\leq 0.5\%$ ,而FAO规格为 $\leq 2$  g/kg( $\leq 0.2\%$ )。
- 4) 综合我国产品的实际质量情况,pH值范围为7.0~9.0,而FAO规格碱度指标为 $\leq 1$  g/kg( $\leq 0.1\%$ )。

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、浙江禾田化工有限公司、江苏常隆化工有限公司。

本标准主要起草人:高晓晖、管艳坤、郑静宇、韩萍、张中泽、陈平、余淑英。

## 丁硫克百威乳油

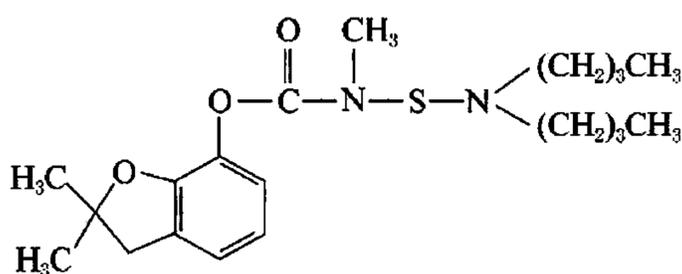
该产品有效成分丁硫克百威的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

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(pH 4)，22 h(pH 6)，7.6 d(pH 7)，14.2 d(pH 8)，14.2 d(pH 8)，大于 58.3 d(pH 9)

### 1 范围

本标准规定了丁硫克百威乳油的要求、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原药与乳化剂溶解在适宜的溶剂中配制成的丁硫克百威乳油。

### 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—2001 农药水分测定方法

GB/T 1601 农药 pH 值的测定方法

GB/T 1603 农药乳液稳定性测定方法

GB/T 1604 商品农药验收规则

GB/T 1605—2001 商品农药采样方法

GB/T 4472 化工产品密度、相对密度测定通则

GB 4838 农药乳油包装

GB/T 19136 农药热贮稳定性测定方法

GB/T 19137 农药低温稳定性测定方法

### 3 要求

#### 3.1 组成和外观

本品应由符合标准的丁硫克百威原药制成,外观为均相液体,无明显的悬浮物和沉淀。

#### 3.2 技术指标

丁硫克百威乳油应符合表 1 要求。

表 1 丁硫克百威乳油控制项目指标

项 目	指 标	
	200 g/L	20%
丁硫克百威质量分数 <sup>a</sup> / % 或质量浓度(20 ℃)/(g/L)	21.0 $\pm$ 1.2 <sub>2</sub> 200 $\pm$ 12	20.0 $\pm$ 1.2 <sub>2</sub> —
克百威质量分数/ % $\leq$	0.5	
水分质量分数/ % $\leq$	0.5	
pH 值范围	7.0~9.0	
稀释稳定性(200 倍)	合格	
低温稳定性 <sup>b</sup>	合格	
热贮稳定性 <sup>b</sup>	合格	
<sup>a</sup> 当发生争议时,以丁硫克百威质量分数为仲裁。 <sup>b</sup> 正常生产时,低温稳定性和热贮稳定性试验,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“液体制剂采样”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 250 mL。

#### 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,试样溶液中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。

#### 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 2g)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: $\phi$ (甲醇:水)=88:12,经滤膜过滤,并进行脱气;

流量:1.0 mL/min;

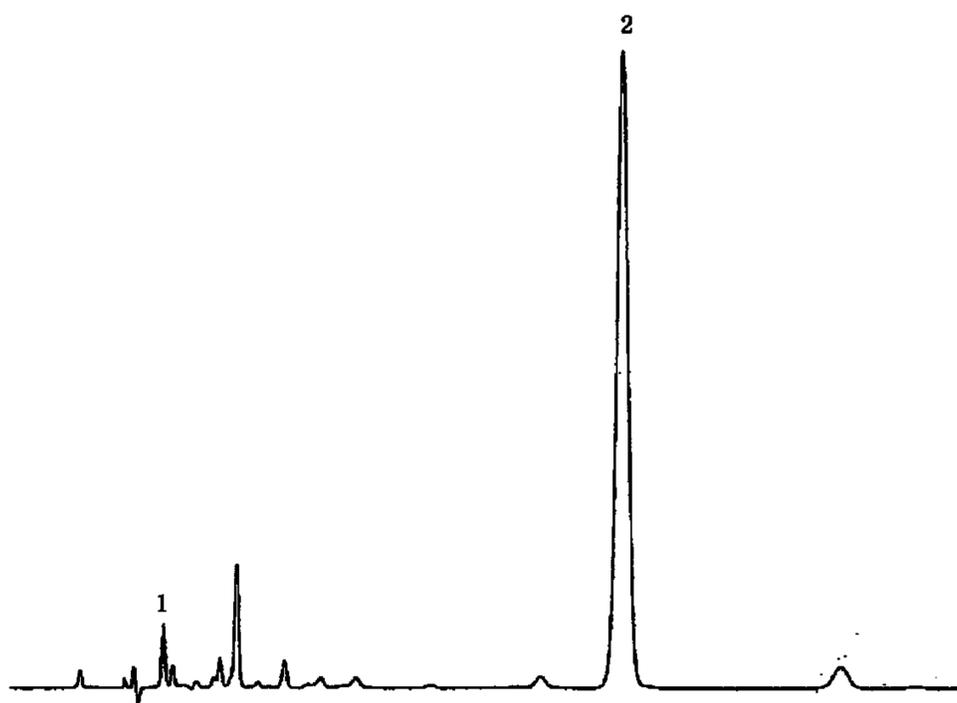
柱温:室温(温差变化应不大于 2 ℃);

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。典型的丁硫克百威乳油高效液相色谱图见图 1。



1——克百威;

2——丁硫克百威。

图 1 丁硫克百威乳油的高效液相色谱图

#### 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;质量浓度  $\rho_1$  (g/L)按式(2) 计算:

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

$$\rho_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times w}{A_1 \times m_2} \times f \times \rho \times 10 \quad \dots\dots\dots(2)$$

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  $f=0.2$ ;

$\rho$ ——20 ℃时试样的密度,单位为克每毫升(g/mL)(按 GB/T 4472 中“密度计法”进行测定)。

4.3.7 允许差

丁硫克百威质量分数、质量浓度两次平行测定结果之差应分别不大于 0.8%、8 g/L,克百威质量分数两次平行测定结果相对偏差应不大于 20%,取其算术平均值作为测定结果。

4.4 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。

4.5 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.6 乳液稳定性的试验

试样用标准硬水稀释 200 倍,按 GB/T 1603 进行试验,上无浮油、下无沉淀为合格。

4.7 低温稳定性试验

按 GB/T 19137 中“乳剂和均相液体制剂”进行。离心管底部析析物的体积不超过 0.3 mL 为合格。

4.8 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136 中“液体制剂”进行。热贮后,丁硫克百威质量分数应不低于热贮前测得质量分数的 95%;乳液稳定性仍应符合标准要求。

4.9 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 丁硫克百威乳油的标志、标签、包装,应符合 GB 4838 的规定。

5.2 丁硫克百威乳油采用聚酯瓶或聚乙烯瓶包装,每瓶净含量为 250 mL、500 mL,外包装为纸箱、瓦

楞纸板箱或钙塑箱,每箱净含量不超过 10 kg。

5.3 根据用户要求或订货协议,采用其他形式的包装,但应符合 GB 4838 的规定。

5.4 丁硫克百威乳油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。使用本品时应戴防护手套、穿干净的防护服。施药后应立即用肥皂水洗净。如皮肤和眼睛接触药液时,要用大量清水冲洗。如发生中毒现象,应及时去医院治疗。

5.7 保证期:在规定的贮运条件下,丁硫克百威乳油的保证期,从生产日期算起为 2 年。