

ICS 65.100
G 25



中华人民共和国国家标准

GB/T 20620—2006



2006-09-01 发布

2007-04-01 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

本标准附录 A 为资料性附录。

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(CSBTS/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:淄博市周村穗丰农药化工有限公司。

本标准主要起草人:许来威、邢红、冯育海、王康、张兴。

灭线磷颗粒剂

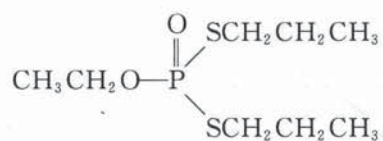
该产品有效成分灭线磷的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO 通用名称：ethoprophos

CIPAC 数字代码：218

化学名称：O-乙基-S,S-二丙基二硫代磷酸酯

结构式：



实验式： $\text{C}_8\text{H}_{19}\text{O}_2\text{PS}_2$

相对分子质量：242.35(按 2001 国际相对原子质量计)

生物活性：杀虫、杀线虫

沸点(26.6 Pa)：86℃~91℃

相对密度(d_4^{20})：1.094

蒸气压(26℃)：46.5 mPa

溶解度(25℃)：水中 0.75 g/L，丙酮、环己烷、1,2-二氯乙烷、乙醚、乙醇、乙酸乙酯、二甲苯 >300 g/kg。

稳定性：在水中，pH=7 时，直至 100℃ 也很稳定；但 pH=9 时，25℃ 就迅速水解。

1 范围

本标准规定了灭线磷颗粒剂的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由灭线磷原药、载体和助剂用吸附法加工成的灭线磷颗粒剂。

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 农药水分的测定方法(GB/T 1600—2001, eqv CIPAC MT 30)

GB/T 1601 农药 pH 值的测定方法(GB/T 1601—1993, eqv CIPAC MT 75:1970)

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 19136 农药热贮稳定性测定方法(GB/T 19136—2003, CIPAC MT 46.1, NEQ)

NY 608—2002 农药产品标签通则

3 要求

3.1 组成和外观：本品应由符合标准的灭线磷原药及载体和助剂制成，应为干燥、自由流动的颗粒，无可见的外来物和硬块，基本无粉尘，适于机器施药。

3.2 灭线磷颗粒剂应符合表 1 要求。

表 1 灭线磷颗粒剂控制项目指标

项 目	指 标	
	10%	5%
灭线磷质量分数/% \geq	10.0	5.0
水分/% \leq	3.0	
pH 值范围	4.0~7.0	
粒度范围(粒径下限与上限比不超过 1:4) ^a /%	\geq 85	
脱落率/% \leq	3.0	
热贮稳定性 ^b	合格	
<p>^a 粒径下限和上限可根据具体产品来规定。</p> <p>^b 热贮稳定性试验,每 3 个月至少进行一次。</p>		

4 试验方法

4.1 抽样

按 GB/T 1605—2001 中“固体制剂采样”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 600 g。

4.2 鉴别试验

气相色谱法:本鉴别试验可与灭线磷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灭线磷色谱峰的保留时间,其相对差值分别应在 1.5% 以内。

4.3 灭线磷质量分数的测定

4.3.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解,以邻苯二甲酸二丙烯酸酯为内标物,使用 HP-5(5% 二苯基+95% 二甲基聚硅酮)涂壁的毛细管色谱柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的灭线磷进行气相色谱分离和测定。

4.3.2 试剂和溶液

三氯甲烷;

灭线磷标样:已知质量分数 \geq 98.0%;

邻苯二甲酸二丙烯酸酯:不应含有干扰分析的杂质;

内标溶液:称取 6.0 g 的邻苯二甲酸二丙烯酸酯,置于 1 000 mL 容量瓶中,用三氯甲烷溶解并稀释至刻度,摇匀。

4.3.3 仪器

气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器;

色谱柱:30 m \times 0.32 mm(i. d.) 交联毛细柱,内壁涂 HP-5(5% 二苯基+95% 二甲基聚硅酮),膜厚 0.25 μ m;

色谱数据处理机或色谱工作站。

4.3.4 气相色谱操作条件

温度($^{\circ}$ C):柱温 180,气化室 210,检测器室 210;

气体流量(mL/min):载气(N_2)2.0、氢气 30、空气 300、补偿气(N_2)25;

分流比:40:1;

进样量(μ L):1.0;

保留时间(min):灭线磷约 5.4,内标物约 8.0。

上述操作参数是典型的,可根据不同仪器特点,对给定操作参数作适当调整,以期获得最佳效果。典型的灭线磷颗粒剂气相色谱图见图1。

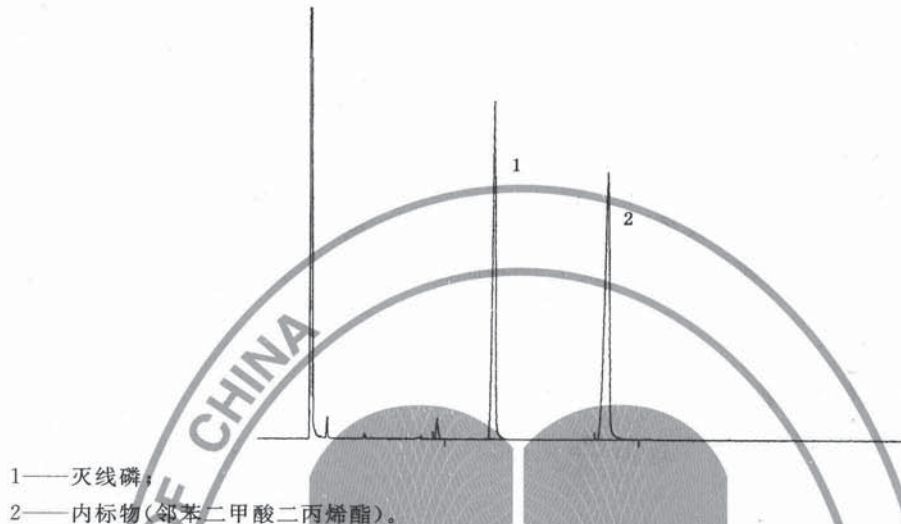


图1 灭线磷颗粒剂的气相色谱图

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液的制备

称取灭线磷标样 0.10 g(精确至 0.000 2 g),置于一 15 mL 具塞玻璃瓶中,用移液管准确加入 10 mL 内标溶液,摇匀。

4.3.5.2 试样溶液的制备

称取含灭线磷 0.10 g(精确至 0.000 2 g)的试样,置于一 15 mL 具塞玻璃瓶中,用与 4.3.5.1 同一支移液管准确加入 10 mL 内标溶液,放入超声波浴槽中超声 15 min 后,摇匀,静置,取上层清液。

4.3.5.3 测定

在上述操作条件下,待仪器基线稳定后,连续注入数针标样溶液,计算各针灭线磷与内标物峰面积之比的重复性,待相邻两针灭线磷与内标物峰面积比的相对变化小于 1.2% 时,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灭线磷与内标物峰面积比分别进行平均。

试样中灭线磷的质量分数 w_1 (%) 按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot w}{r_1 \cdot m_2} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

r_1 ——标样溶液中,灭线磷与内标物峰面积比的平均值;

r_2 ——试样溶液中,灭线磷与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——灭线磷标样的质量,单位为克(g);

m_2 ——试样的质量,单位为克(g);

w ——标样中灭线磷的质量分数,%。

4.3.7 允许差

两次平行测定结果之差,应不大于 0.5%。取其算术平均值作为测定结果。

4.4 水分的测定

按 GB/T 1600 中的“共沸蒸馏法”进行。

4.5 pH值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.6 粒度的测定

4.6.1 仪器

标准筛组：孔径与标明的粒径范围一致，并配有筛底和筛盖；

振筛机：振幅 36 mm, 240 次/min。

4.6.2 测定步骤

将标准筛上下叠装，大粒径筛置于小粒径筛上面，筛下装承接盘，同时将组合好的筛组固定在振筛机上，准确称取颗粒剂试样 100 g(精确至 0.1 g)，置于上面筛上，加盖密封，启动振筛机振荡 10 min，收集规定粒径范围内筛上物称量。

4.6.3 计算

试样的粒度 x_1 (%)按式(2)计算：

$$x_1 = \frac{m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中：

m ——试样的质量，单位为克(g)；

m_1 ——规定粒径范围内筛上物质量，单位为克(g)。

4.7 脱落率的测定

4.7.1 仪器

标准筛：孔径与 4.6.1“标准筛组”中小粒径筛相同；

钢球：15 个($\phi 7.9$ mm)；

振筛机：振幅 36 mm, 240 次/min。

4.7.2 操作步骤

准确称取已测过粒度的试样 50 g，放入盛有 15 个钢球的标准筛中，将筛置于底盘上加盖，移至振筛机中固定后振荡 15 min，准确称取接盘内试样质量(精确至 0.1 g)。试样的脱落率 x_2 (%)按式(3)计算：

$$x_2 = \frac{m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots(3)$$

式中：

m ——试样的质量，单位为克(g)；

m_1 ——接盘中试样的质量，单位为克(g)。

4.8 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136 中“粉体制剂”进行。试样冷至室温后，在 24 h 内完成对灭线磷质量分数、粒度、脱落率的测定。热贮后，灭线磷质量分数、粒度、脱落率仍应符合标准要求。

4.9 产品的检验和验收

应符合 GB/T 1604 的规定。极限数值的处理，采用修约值比较法。

5 标志、标签、包装、贮运

5.1 灭线磷颗粒剂的标志、标签和包装，应符合 NY 608 和 GB 3796 的规定，并在标签上标明粒度范围中粒径的下限和上限。

5.2 灭线磷颗粒剂应用清洁的塑料袋或铝塑袋包装，每袋净含量 500 g、1 kg、2 kg。外包装用钙塑箱或瓦楞纸箱。也可根据用户要求或订货协议，采用其他形式的包装，但需符合 GB 3796 的规定。

- 5.3 灭线磷颗粒剂包装件应贮存在通风、干燥的库房中。
- 5.4 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。
- 5.5 安全:本品属高毒有机磷酸酯类农药,易经皮肤渗入。中毒症状为胸部发紧、出汗、呕吐、腹泻、瞳孔收缩。使用本品时要戴护镜和胶皮手套。如皮肤、眼睛不慎沾上本品,应立即用大量清水冲洗。误服者立即用盐水或芥末水催吐并立即送医院急救。本品的有效解毒剂是阿托品和解磷定。
- 5.6 保证期:在规定的贮存、运输条件下,灭线磷颗粒剂的保证期,从生产日期算起为2年。

附 录 A
(资料性附录)

气相色谱填充柱测定灭线磷质量分数的方法

A.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解,以邻苯二甲酸二丙烯酯为内标物,使用5%SE-30/Gas Chrom Q为填料的色谱柱和氢焰离子化检测器,对试样中的灭线磷进行气相色谱分离和测定。

A.2 试剂和溶液

三氯甲烷;

灭线磷标样:已知质量分数 $\geq 98.0\%$;

邻苯二甲酸二丙烯酯:不应含有干扰分析的杂质;

内标溶液:称取6.0 g的邻苯二甲酸二丙烯酯,置于1 000 mL容量瓶中,用三氯甲烷溶解并稀释至刻度,摇匀。

A.3 仪器

气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器;

色谱柱:1 m \times 3 mm(i. d.)玻璃柱;

柱填充物:5%SE-30/Gas Chrom Q(147 μm ~175 μm);

色谱数据处理机或色谱工作站。

A.4 气相色谱操作条件

温度($^{\circ}\text{C}$):柱温 150,气化室 210,检测器室 210;

气体流量(mL/min):载气(N_2)30,氢气 30,空气 300;

进样量(L):1.0;

保留时间(min):灭线磷约 2.5,内标物约 3.9。

上述操作参数是典型的,可根据不同仪器特点,对给定操作参数作适当调整,以期获得最佳效果。典型的灭线磷颗粒剂气相色谱图见图 A.1。

A.5 测定步骤

A.5.1 标样溶液的制备

称取灭线磷标样 0.1 g(精确至 0.000 2 g),置于一 15 mL 具塞玻璃瓶中,用移液管准确加入 10 mL 内标溶液,摇匀。

A.5.2 试样溶液的制备

称取含灭线磷 0.1 g(精确至 0.000 2 g)的试样,置于一 15 mL 具塞玻璃瓶中,用与 A.5.1 同一支移液管准确加入 10 mL 内标溶液,放入超声波浴槽中超声 15 min 后,摇匀。静置,取上层清液。

A.5.3 测定

在上述操作条件下,待仪器基线稳定后,连续注入数针标样溶液,计算各针灭线磷与内标物峰面积之比的重复性,待相邻两针灭线磷与内标物峰面积比的相对变化小于 1.2%时,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。

A.6 计算

试样中灭线磷的质量分数 w_1 (%) 按式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot w}{r_1 \cdot m_2} \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

- r_1 ——标样溶液中,灭线磷与内标物峰面积比的平均值;
- r_2 ——试样溶液中,灭线磷与内标物峰面积比的平均值;
- m_1 ——灭线磷标样的质量,单位为克(g);
- m_2 ——试样的质量,单位为克(g);
- w ——标样中灭线磷的质量分数, %。

A.7 允许差

两次平行测定结果之差,应不大于 0.5%。取其算术平均值作为测定结果。



- 1——灭线磷;
- 2——内标物(邻苯二甲酸二丙酯)。

图 A.1 灭线磷颗粒剂的气相色谱图