



中华人民共和国国家标准

GB 28153—2011

杀虫单可溶粉剂

Thiosultap-monosodium water soluble powders

2011-12-30 发布

2012-04-15 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
杀 虫 单 可 溶 粉 剂
GB 28153—2011

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 16 千字
2012年3月第一版 2012年3月第一次印刷

*

书号: 155066·1-44696 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107

前 言

本标准的第3章、第5章是强制性的,其余是推荐性的。

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利,本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

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:沈阳化工研究院有限公司。

本标准参加起草单位:浙江博仕达作物科技有限公司、江苏天容集团股份有限公司、江苏安邦电化有限公司、江苏丰登农药有限公司。

本标准主要起草人:梅宝贵、张雪冰、徐黎婷、王强、姜育田、耿荣伟、李茂青。

杀 虫 单 可 溶 粉 剂

1 范围

本标准规定了杀虫单可溶粉剂的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运和保证期。

本标准适用于由杀虫单原药、适宜的助剂和填料加工制成的杀虫单可溶粉剂。

注：杀虫单的其他名称、结构式和基本物化参数参见附录 A。

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。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

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

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 19136 农药热贮稳定性测定方法

3 要求

3.1 组成和外观

本品应由符合标准的杀虫单原药制成，外观为均匀的粉末，无团块。

3.2 技术指标

杀虫单可溶粉剂应符合表 1 要求。

表 1 杀虫单可溶粉剂控制项目指标

项 目	指 标			
	50.0%	80.0%	90.0%	95.0%
杀虫单质量分数/%	$50.0^{+2.5}_{-2.5}$	$80.0^{+2.5}_{-2.5}$	$90.0^{+2.5}_{-2.5}$	$95.0^{+2.5}_{-2.5}$
氯化钠质量分数/% ≤	1.0	1.7	2.0	2.0
干燥减量/% ≤	3.0			
pH 值范围	4.0~6.0			
溶解程度和溶液稳定性(通过 75μm 标准筛)*/%				
(5 min 后残余物) ≤	1.0			
(18 h 后残余物) ≤	0.2			

表 1 (续)

项 目	指 标			
	50.0%	80.0%	90.0%	95.0%
热贮稳定性试验 ^a	合格			
^a 正常生产时,溶解程度和溶液稳定性、热贮稳定性试验每三个月至少测定一次。				

4 试验方法

安全提示:使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规的规定。

4.1 一般规定

本标准所用试剂和水在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601 的规定制备和标定。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中的 4.3.3 修约值比较法进行。

4.2 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 300 g。

4.3 鉴别试验

高效液相色谱法——本鉴别试验可与杀虫单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虫单标样溶液中杀虫单色谱峰的保留时间相对差值应在 1.5% 以内。

4.4 杀虫单质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样用流动相溶解,以甲醇+磷酸二氢钾水溶液(pH 7.0)为流动相,使用以 Agilent TC C₁₈ 为填料的不锈钢柱和紫外检测器(220 nm),对试样中的杀虫单进行反相高效液相色谱分离,外标法定量。

4.4.2 试剂和溶液

甲醇:色谱纯;

水:新蒸二次蒸馏水;

氢氧化钾溶液: $c(\text{KOH})=2\text{ mol/L}$;

磷酸二氢钾溶液: $c(\text{KH}_2\text{PO}_4)=0.035\text{ mol/L}$,用氢氧化钾溶液调 pH 值至 7.0;

杀虫单标样:已知质量分数 $w\geq 99.0\%$ 。

4.4.3 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:250 mm×4.6 mm (i. d.)不锈钢柱,内装 Agilent TC C₁₈、5 μm 填充物(或具等同效果的色谱柱);

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。

4.4.4 高效液相色谱操作条件

流动相:Ψ(甲醇:磷酸二氢钾溶液)=5:95,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:220 nm;

进样体积:10 μL;

保留时间:5.5 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。典型的杀虫单可溶性粉剂高效液相色谱图见图 1。

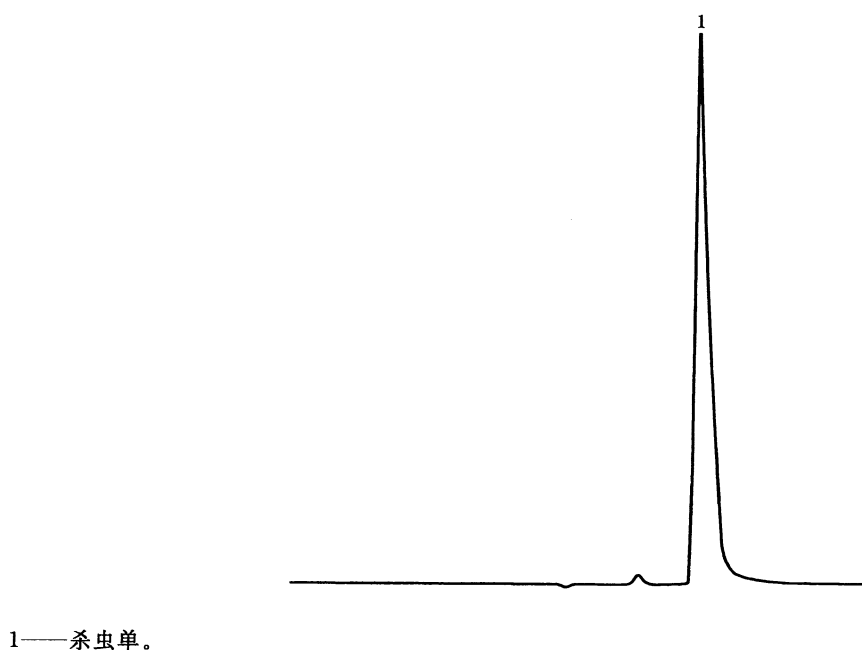


图 1 杀虫单可溶性粉剂的高效液相色谱图

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的制备

称取 0.1 g(精确至 0.000 2 g)杀虫单标样,置于 50 mL 容量瓶中,用流动相溶解并稀释至刻度,摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的制备

称取含杀虫单 0.1 g(精确至 0.000 2 g)的试样,置于 50 mL 容量瓶中,用流动相溶解并稀释至刻

度,摇匀。

4.4.5.3 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,直至相邻两针杀虫单峰面积相对变化小于1.2%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。

4.4.6 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杀虫单峰面积分别进行平均。试样中杀虫单的质量分数按式(1)计算:

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

式中:

w_1 ——试样中杀虫单的质量分数,以 % 表示;

A_2 ——试样溶液中杀虫单峰面积的平均值;

m_1 ——杀虫单标样的质量,单位为克(g);

w ——杀虫单标样的质量分数,以 % 表示;

A_1 ——标样溶液中杀虫单峰面积的平均值;

m_2 ——试样的质量,单位为克(g)。

4.4.7 允许差

杀虫单质量分数两次平行测定结果之相对差应不大于1.5%,取其算术平均值作为测定结果。

4.5 氯化钠质量分数的测定

4.5.1 方法提要

试样用水溶解,用硝酸和过氧化氢将硫代硫酸根和杀虫单等干扰物质破坏后,以硫酸铁铵作指示剂,用银量法测定氯化钠质量分数。

4.5.2 试剂和溶液

蔗糖溶液: $\rho=250$ g/L;

硝酸银标准溶液: $c(\text{AgNO}_3)=0.1$ mol/L;

硫氰酸铵标准滴定溶液: $c(\text{NH}_4\text{SCN})=0.1$ mol/L;

硝酸溶液: $\phi(\text{HNO}_3)=50\%$;

过氧化氢溶液: $w(\text{H}_2\text{O}_2)=30\%$;

硫酸铁铵饱和溶液(加几滴硫酸)。

4.5.3 测定方法

称取1.0 g试样(精确至0.000 2g),置于250 mL锥形瓶中,加入40 mL硝酸溶液,10 mL过氧化氢溶液和80 mL水,加热煮沸10 min,冷却至室温。用滴定管加入15 mL硝酸银标准溶液,摇匀。加入8 mL蔗糖溶液,剧烈振摇2 min,加1 mL硫酸铁铵指示剂,在摇动下用硫氰酸铵标准滴定溶液滴定至溶液呈浅棕红色,并保持30 s不变为终点。

4.5.4 计算

试样中氯化钠质量分数按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(c_1 \cdot V_1 - c_2 \cdot V_2) \cdot M}{m \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

w_2 ——试样中氯化钠的质量分数,以%表示;

c_1 ——硝酸银标准溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——加入硝酸银标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

c_2 ——硫氰酸铵标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_2 ——消耗硫氰酸铵标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

M ——氯化钠的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol), [$M(\text{NaCl}) = 58.45 \text{ g/mol}$];

m ——试样的质量,单位为克(g)。

4.6 干燥减量的测定

4.6.1 仪器

烘箱:105℃±2℃;

称量瓶:内径70 mm,高40 mm;

干燥器。

4.6.2 测定步骤

将称量瓶放入烘箱中烘1 h,取出置于干燥器内冷却至室温,称量(精确至0.000 2 g)。重复上述步骤,直至称量瓶恒重为止。在瓶内放置2 g试样,铺平,称量(精确至0.01 g),将称量瓶放入烘箱,不加盖,烘1 h后,取出并放入干燥器中冷却至室温,称量(精确至0.000 2 g)。

4.6.3 计算

试样中干燥减量按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

w_3 ——试样的干燥减量,以%表示;

m_1 ——试样和称量瓶烘干前的质量,单位为克(g);

m_2 ——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)。

4.6.4 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。

4.7 pH值的测定

按GB/T 1601进行。

4.8 溶解程度和溶液稳定性

4.8.1 方法提要

溶解程度是将试样溶于25℃的标准硬水中,颠倒15次,静置5 min,用75 μm试验筛过滤,定量测定筛上残余物。溶液稳定性是将该溶液静置18 h后,再次用试验筛过滤,定量测定筛上残余物。

4.8.2 仪器

标准筛:孔径 75 μm ,直径 76 mm;

具塞量筒:250 mL(0 mL~250 mL 刻度之间距离 20 cm~21.5 cm,250 mL 刻度线与塞子底部距离为 4 cm~6 cm);

标准硬水: $\rho(\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}) = 342 \text{ mg/L}$, $\text{pH} = 6.0 \sim 7.0$ 。

4.8.3 试样溶液的制备

在 250 mL 量筒中加入 2/3 的标准硬水,将其温度调至 25 $^{\circ}\text{C}$,加入 5 g 样品,加标准硬水至刻度。盖上塞子。静置 30 s,用手颠倒量筒 15 次,复位。颠倒、复位一次所用时间应不超过 2 s。

4.8.4 5 min 后试验

将量筒中的试样溶液静置 5 min $\pm$ 30 s 后,倒入已恒重的 75 μm 筛子上,将滤液收集到 500 mL 烧杯中,留作下一步试验。用 20 mL 蒸馏水洗涤量筒 5 次,将所有不溶物定量转移到筛上,弃去洗涤液,检查筛上的残余物。如果筛上有残余物,将筛于 60 $^{\circ}\text{C}$ 下干燥至恒重,称量。

4.8.5 18 h 后试验

将滤液静置 18 h 后,仔细观察烧杯中滤液是否有沉淀。如果有不溶物,再将该试样用恒重的 75 μm 试验筛过滤,用 20 mL 蒸馏水洗涤试验筛 5 次,如果筛上有固体或结晶存在,将筛于 60 $^{\circ}\text{C}$ 下干燥至恒重,称量。

4.8.6 计算

5 min 后残余物的质量分数按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

w_4 ——5 min 后残余物的质量分数,以%表示;

m_2 ——5 min 后试验中筛子和残余物的质量,单位为克(g);

m_1 ——5 min 后试验中筛子恒重后的质量,单位为克(g);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

18 h 后残余物的质量分数按式(5)计算:

$$w_5 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

w_5 ——18 h 后残余物的质量分数,以%表示;

m_2 ——18 h 后试验中筛子和残余物的质量,单位为克(g);

m_1 ——18 h 后试验中筛子恒重后的质量,单位为克(g);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

4.9 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136 中“其他制剂”进行。热贮后杀虫单质量分数应不低于贮前杀虫单质量分数的 97%。

4.10 产品的检验与验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

5 标志、标签、包装、贮运、安全和保证期

5.1 标志、标签、包装

杀虫单可溶粉剂的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定；杀虫单可溶粉剂应用清洁、干燥、内衬塑料袋的编织袋或铝箔袋包装。大包装每袋净含量为 25 kg。小包装每袋净含量 20g、50 g、100 g。也可根据用户要求或订货协议可采用其他形式的包装，但需符合 GB 3796 的规定。

5.2 贮运

杀虫单可溶粉剂包装件应贮存在通风、干燥的库房中；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。

5.3 安全

杀虫单是一种沙蚕毒类中等毒性杀虫剂。吞噬或吸入均会中毒，它可以通过皮肤渗入。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，阿托品是特效解毒药；必要时做人工呼吸。

5.4 保证期

在规定的贮运条件下，杀虫单可溶粉剂的保证期，从生产日期算起为两年。

附录 A

(资料性附录)

杀虫单的其他名称、结构式和基本物化参数

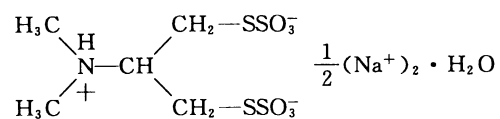
本产品有效成分杀虫单的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

通用名称：杀虫单

ISO 通用名称：Thiosultap-monosodium

化学名称：一水合二甲基-氢代-2-(1,3-二磺酸单钠硫代丙基)铵

结构式：



实验式： $\text{C}_5\text{H}_{14}\text{NO}_7\text{S}_4\text{Na}$

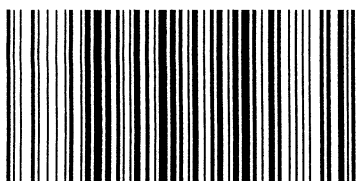
相对分子质量：351.42

生物活性：杀虫

熔点：142.5 °C (分解)

溶解度(g/L, 25 °C)：水 500, 甲醇 20, 丙酮 2.5×10^{-4}

稳定性：在 50 °C 下密闭贮存稳定。



GB 28153—2011

版权专有 侵权必究

*

书号：155066 · 1-44696

定价：16.00 元