

ICS 65.100
G 25



中华人民共和国国家标准

GB 20679—2006

溴敌隆母药

Bromadiolone technical concentrates

2006-09-01 发布

2007-06-01 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

本标准的第3章、第5章为强制性的,其余为推荐性的。

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(CSBTS/TC 133)归口。

本标准负责起草单位:沈阳化工研究院。

本标准主要起草人:梅宝贵、邢君。

溴 敌 隆 母 药

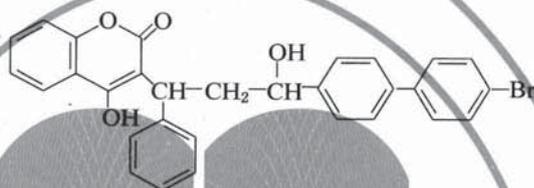
该产品有效成分溴敌隆的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO 通用名称：bromadiolone

化学名称：3-[3-(4'-溴联苯-4-基)-3-羟基-1-苯丙基]-4-羟基香豆素

溴敌隆组成：溴敌隆由一对立体异构体溴敌隆 A 和溴敌隆 B 组成。

结构式：



实验式： $C_{26}H_{23}BrO_4$

相对分子质量：527.4（按 2001 年国际相对原子质量计）

生物活性：杀鼠

熔点： $200^{\circ}\text{C} \sim 210^{\circ}\text{C}$

蒸气压(20°C)：0.002 mPa

溶解度(20°C)：水 19 mg/L；二甲基甲酰胺 730 g/L；乙醇 8.2 g/L；乙酸乙酯 25 g/L。

稳定性：在 $<200^{\circ}\text{C}$ 稳定。

1 范围

本标准规定了溴敌隆母药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于溴敌隆原药与填料及适宜的助剂加工而成的溴敌隆固体母药以及由溴敌隆原药与必要的助剂溶解在适宜的有机溶剂中加工而成的溴敌隆液体母药。

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 1600—2001, eqv CIPAC MT30)

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 16150 农药粉剂、可湿性粉剂细度测定方法

GB 20813 农药产品标签通则

3 要求

3.1 组成和外观：固体母药应由符合标准的溴敌隆原药与填料及适宜的助剂加工制成，为带有警戒色的疏松粉末；液体母药应由符合标准的溴敌隆原药与必要的助剂溶解在适宜的有机溶剂中加工制成，为带有警戒色的稳定均相液体。

3.2 溴敌隆母药应符合表 1 要求。

表 1 溴敌隆母药控制项目指标

项 目		指 标	
		固体母药	液体母药
溴敌隆质量分数/%	≥	0.50	
$\alpha(A/B)$	≤	0.30	
水分/%	≤	3.0	—
pH 值范围		6.0 ~ 9.0	8.0 ~ 11.0
细度/%(通过 44 μm 标准筛)	≥	96	—

4 试验方法

4.1 抽样

固体母药按 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。液体母药按 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 200 g。

4.2 鉴别试验

高效液相色谱法——本鉴别试验可与溴敌隆含量的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液某两色谱峰的保留时间与标样溶液中溴敌隆 A 与溴敌隆 B 色谱峰的保留时间，其相对差值分别应在 1.5% 以内。

当用以上方法对有效成分鉴别有疑问时，可采用其他有效方法进行鉴别。

4.3 溴敌隆质量分数以及溴敌隆 A 与溴敌隆 B 物质的量之比 $\alpha(A/B)$ 的测定

4.3.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水+冰乙酸为流动相，使用以 Nova-Pak C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器(265 nm)，对试样中的溴敌隆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；

冰乙酸；

水：新蒸二次蒸馏水；

溴敌隆标样：已知溴敌隆质量分数 $\geq 99.0\%$ 。

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；

色谱柱：150 mm \times 3.9 mm(i. d.) Nova-Pak C_{18} 不锈钢柱；

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm ；

微量进样器：100 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：体积比 ϕ (甲醇：水：冰乙酸) = 70 : 30 : 3；

流量：1.0 mL/min；

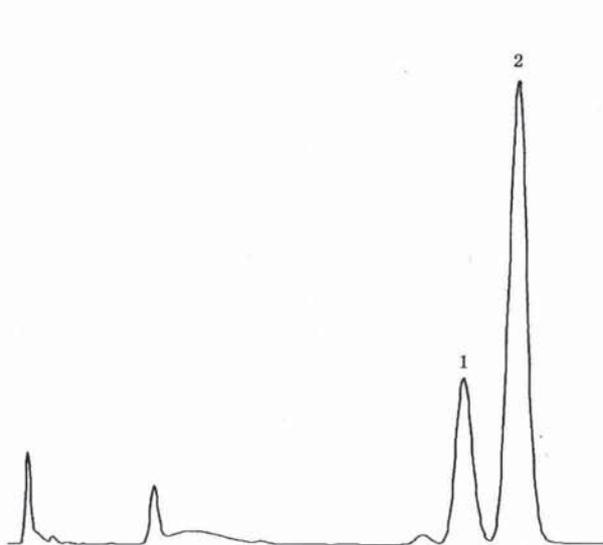
柱温:室温(温差变化应不大于 2°C);

检测波长:265 nm;

进样体积:5 μL ;

保留时间:溴敌隆 A 约 7.8 min、溴敌隆 B 约 8.6 min。

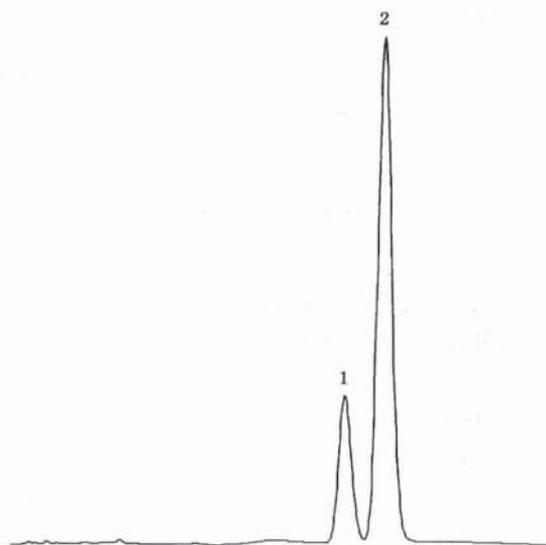
上述操作参数是典型的,可根据不同仪器特点,对给定的操作参数作适当调整,以期获得最佳效果。典型的溴敌隆母药高效液相色谱图见图 1、图 2。



1——溴敌隆 A;

2——溴敌隆 B。

图 1 溴敌隆固体母药的高效液相色谱图



1——溴敌隆 A;

2——溴敌隆 B。

图 2 溴敌隆液体母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

准确称取溴敌隆标样 0.1 g(精确至 0.000 2 g)于 50 mL 容量瓶中,用甲醇定容至刻度,在超声波下振荡 3 min 使试样溶解,摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 于 50 mL 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

4.3.5.2.1 溴敌隆固体母药试样溶液的制备

准确称取溴敌隆固体母药 2 g(精确至 0.000 2 g)于 50 mL 容量瓶中,用甲醇定容至刻度,在超声波下振荡 3 min,摇匀,过滤。

4.3.5.2.2 溴敌隆液体母药试样溶液的制备

准确称取溴敌隆液体母药 2 g(精确至 0.000 2 g)于 50 mL 容量瓶中,用甲醇定容至刻度,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,直至相邻两针溴敌隆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。

4.3.5.4 计算

试样中溴敌隆的质量分数 w_1 (%),按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot w}{A_1 \cdot m_2 \times 10} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

A_1 ——标样溶液中,溴敌隆 A 与溴敌隆 B 峰面积和的平均值;

A_2 ——试样溶液中,溴敌隆 A 与溴敌隆 B 峰面积和的平均值;

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 ——标样中溴敌隆的质量分数, %;

10——样品稀释倍数不同的换算系数。

试样中 $\alpha(A/B)$ 按式(2)计算:

$$\alpha(A/B) = \frac{A_A}{A_B} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

A_A ——两针试样溶液中,溴敌隆 A 峰面积和的平均值;

A_B ——两针试样溶液中,溴敌隆 B 峰面积和的平均值。

4.3.6 允许差

溴敌隆质量分数两次平行测定结果之差,应不大于 0.03%,取其算术平均值作为测定结果。

4.4 固体母药水分的测定

固体母药水分按 GB/T 1600 中的“共沸蒸馏法”进行。

4.5 pH 值测定

按 GB/T 1601 进行。

4.6 固体母药细度的测定

按 GB/T 16150 中“干筛法”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 溴敌隆母药的标志、标签、包装,应符合 GB 20813 和 GB 3796 的规定。

5.2 溴敌隆固体母药应用铝箔袋包装,每袋净含量 500 g;溴敌隆液体母药用聚乙烯瓶或聚酯瓶包装,每瓶净含量 500 g。溴敌隆母药外包装用瓦楞纸箱,每箱净含量不超过 20 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,但需符合 GB 3796 的规定。

5.4 溴敌隆母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:溴敌隆属剧毒杀鼠剂。使用本品应戴防护手套,穿干净的防护服,施药后立即用肥皂水洗净,避免皮肤和眼睛接触药液。

5.7 保证期:溴敌隆母药保证期为两年。