



中华人民共和国国家标准

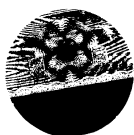
GB 28128—2011

杀虫单原药

Thiosultap-monosodium technical material

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

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:沈阳化工研究院有限公司。

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

本标准主要起草人:梅宝贵、张雪冰、王强、徐黎婷、姜育田、李茂青。

杀 虫 单 原 药

1 范围

本标准规定了杀虫单原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运和验收期。

本标准适用于由杀虫单及其生产中产生的杂质组成的杀虫单原药。

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

3 要求

3.1 外观

白色粉状固体。

3.2 技术指标

杀虫单原药还应符合表 1 要求。

表 1 杀虫单原药控制项目指标

项 目	指 标
杀虫单质量分数/%	≥ 95.0
氯化钠质量分数/%	≤ 2.0
干燥减量/%	≤ 1.0
pH 值范围	4.0~5.5

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。

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,其相对差值应在1.5%以内。

红外光谱法——试样与杀虫单标样在 $4\,000\text{ cm}^{-1}\sim 400\text{ cm}^{-1}$ 范围内的红外吸收光谱图应无明显差异。杀虫单标样红外光谱图见图1。

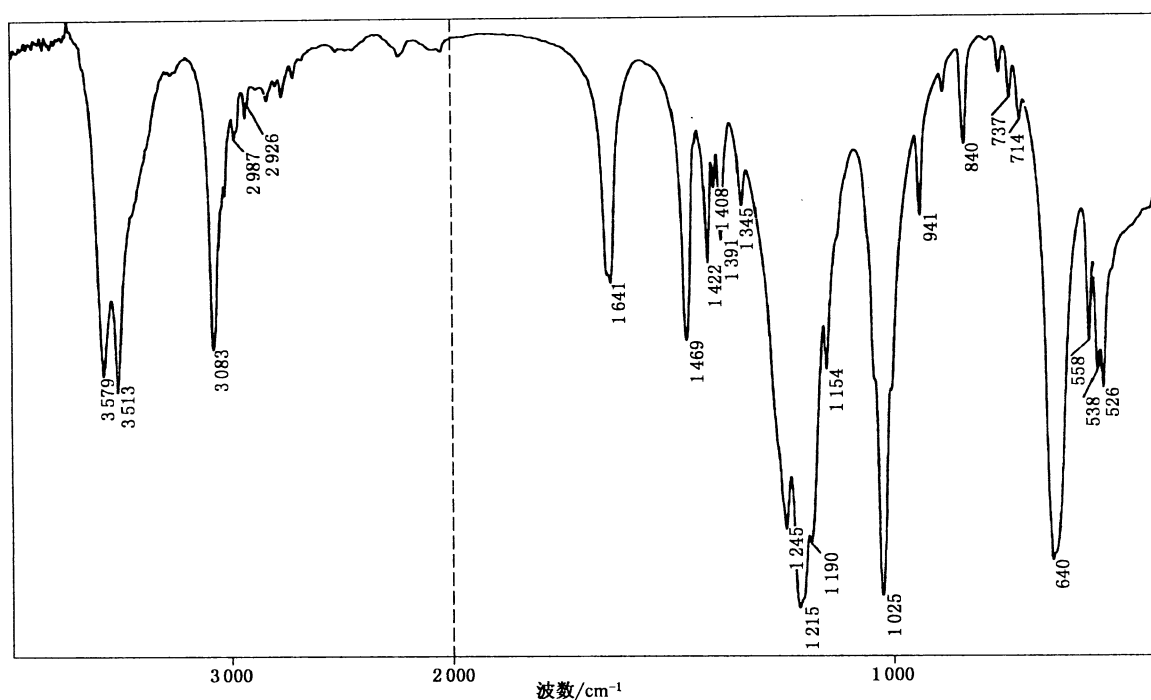


图1 杀虫单标样的红外光谱图

4.3 杀虫单质量分数的测定

4.3.1 方法提要

试样用流动相溶解,以甲醇+磷酸二氢钾水溶液(pH7.0)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。

4.3.2 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 $w\geq 99.0\%$ 。

4.3.3 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:250 mm×4.6 mm(i. d.)不锈钢柱,内装 Agilent TC C₁₈、5 μm 填充物(或具同等效果的色谱柱)；

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: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。典型的杀虫单原药高效液相色谱图见图 2。

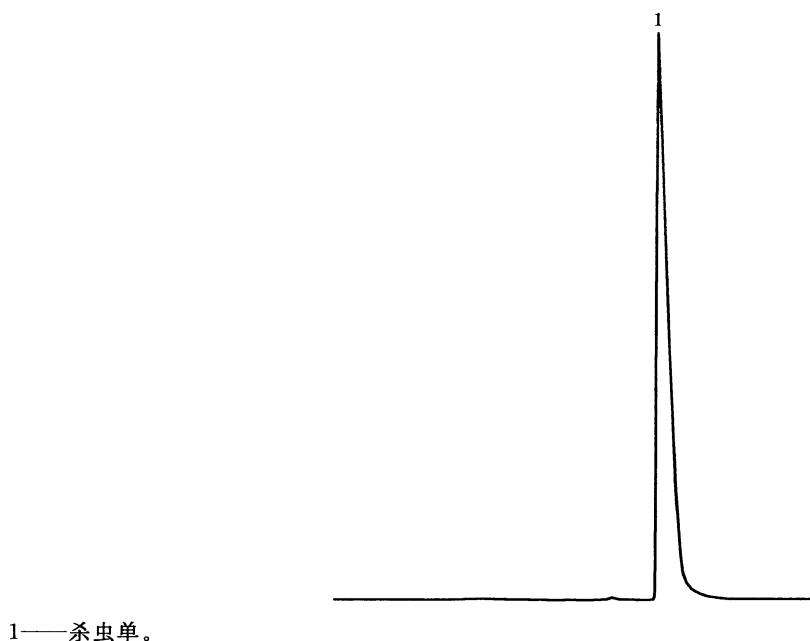


图 2 杀虫单原药的高效液相色谱图

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液的制备

称取 0.1 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。

4.3.5.2 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。

4.3.5.3 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。

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

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

式中:

- w_1 ——试样中杀虫单质量分数,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 ——杀虫单标样中杀虫单质量分数,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)。

4.3.6 允许差

杀虫单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 氯化钠质量分数的测定

4.4.1 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。

4.4.2 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(按 GB/T 601 配制);
- 硫氰酸铵标准滴定溶液: $c(\text{NH}_4\text{SCN})=0.1$ mol/L(按 GB/T 601 配制);
- 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3滴~5滴硫酸)。

4.4.3 测定方法

称取0.5 g试样(精确至0.000 2 g),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。

4.4.4 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), [$M(\text{NaCl})=58.45$];
 m ——试样的质量,单位为克(g)。

4.5 干燥减量质量分数的测定

4.5.1 仪器

烘箱:105℃±2℃;
 称量瓶:内径70 mm,高40 mm;
 干燥器。

4.5.2 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)。

4.5.3 计算

试样的干燥减量按式(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)。

4.5.4 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、安全、验收期

5.1 标志、标签、包装

杀虫单原药的标志、标签、包装应符合GB 3796 的规定;杀虫单原药应用清洁、干燥的聚丙烯桶包

装,每桶净含量为 25 kg 或 50 kg;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

杀虫单原药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 验收期

杀虫单原药验收期为一个月。从交货之日起,在一个月内完成产品质量验收,其各项指标均应符合标准要求。

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

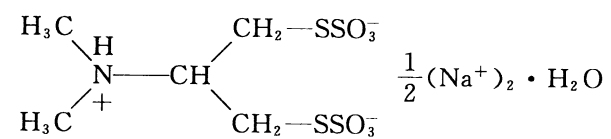
本产品有效成分杀虫单的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

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℃(分解)

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

稳定性：在 50℃ 下密闭贮存稳定。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
杀 虫 单 原 药
GB 28128—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

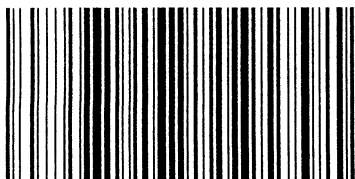
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 13 千字
2012年4月第一版 2012年4月第一次印刷

*

书号: 155066·1-44785 定价 16.00 元



GB 28128-2011

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