



中华人民共和国国家标准

GB 20677—2006

特丁硫磷原药

Terbufos technical

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。

本标准由沈阳化工研究院负责起草。

本标准主要起草人:高晓晖、武铁军。

特丁硫磷原药

该产品有效成分特丁硫磷的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO 通用名称：terbufos

化学名称：O,O-二乙基-S-(特丁硫基甲基)二硫代磷酸酯

结构式：



实验式： $\text{C}_6\text{H}_{11}\text{O}_2\text{PS}_3$

相对分子质量：288.4（按 2001 年国际相对原子质量计）

生物活性：杀虫

闪点(泰格开杯)：88℃

熔点：-29.2℃

沸点：69℃/0.01 mmHg

蒸气压(25℃)：34.6 mPa

相对密度(d_4^{25})：1.105

溶解度(常温下)：水中 10 mg/L~15 mg/L；能溶于丙酮、醇类、芳烃和氯代烃中。

稳定性：pH<2 或 pH>9 的条件下分解。

1 范围

本标准规定了特丁硫磷原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由特丁硫磷及其生产中产生的杂质组成的特丁硫磷原药。

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 1600 农药水分测定方法(GB/T 1600—2001,eqv CIPAC MT30)

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 19138 农药丙酮不溶物测定方法(GB/T 19138—2003,CIPAC MT 27,MOD)

GB 20813 农药产品标签通则

3 要求

3.1 组成和外观：应是无色或浅黄色液体。

3.2 特丁硫磷原药应符合表 1 要求。

表 1 特丁硫磷原药控制项目指标

项 目	指 标
特丁硫磷质量分数/%	≥ 86.0
特丁硫醇质量分数 ^a /%	≤ 0.1
水分/%	≤ 0.5
丙酮不溶物质量分数 ^b /%	≤ 0.1
酸度(以 H ₂ SO ₄ 计)/%	≤ 0.5
a、b 正常生产时,特丁硫醇质量分数、丙酮不溶物质量分数,每 3 个月至少测定一次。	

4 试验方法

4.1 抽样

按照 GB/T 1605—2001 中“液体制剂的采样”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

4.2.1 气相色谱法——本鉴别试验可与特丁硫磷质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液某一色谱峰的保留时间与标样溶液中特丁硫磷色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

4.2.2 红外光谱法 试样中分离的有效成分与标样在 4 000 cm⁻¹~400 cm⁻¹波数范围内的红外光谱图应没有明显的差异。特丁硫磷标样的红外标准谱图见图 1。

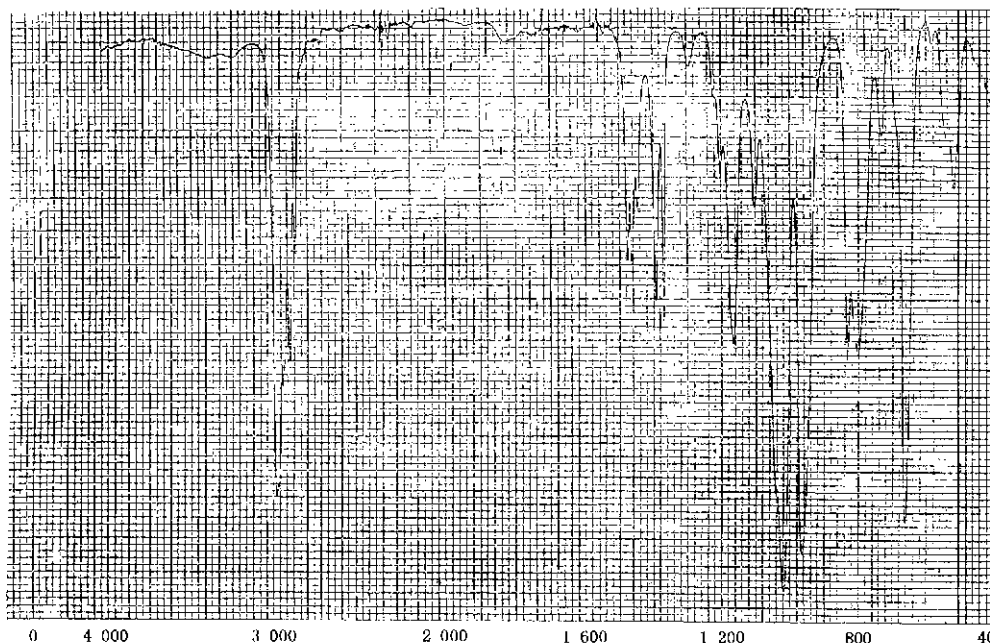


图 1 特丁硫磷的红外光谱图

4.3 特丁硫磷质量分数的测定

4.3.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解,以邻苯二甲酸二丁酯为内标物,使用 5% SE-30/Chromosorb WAW DMCS (180 μm~250 μm)为填充物的玻璃柱或不锈钢柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的特丁硫磷进行气相色谱分离和测定。

4.3.2 试剂和溶液

三氯甲烷；

特丁硫磷标样：已知质量分数 $\geq 92.0\%$ ；

内标物：邻苯二甲酸二丁酯，应没有干扰分析的杂质；

固定液：SE-30；

载体：Chromosorb WAW DMCS ($180\ \mu\text{m}\sim 250\ \mu\text{m}$)；

内标溶液：称取邻苯二甲酸二丁酯 1.0 g，置于 100 mL 容量瓶中，加适量三氯甲烷溶解，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；

色谱数据处理机；

色谱柱： $1.0\ \text{m}\times 3.2\ \text{mm}$ (i. d.)玻璃柱或不锈钢柱；

柱填充物：SE-30 涂渍在 Chromosorb WAW DMCS ($180\ \mu\text{m}\sim 250\ \mu\text{m}$) 上，固定液体积：(固定液+载体)体积=5：100。

4.3.4 气相色谱操作条件

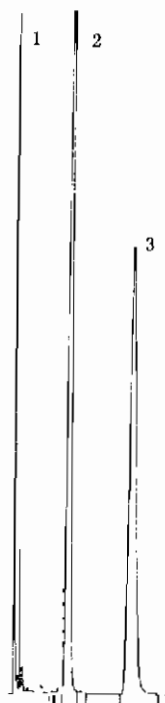
温度($^{\circ}\text{C}$)：柱温 160，气化室 200，检测器室 200；

气体流量(mL/min) 载气(N_2) 30，氢气 40，空气 400；

进样量(μL)：0.6；

保留时间(min)：特丁硫磷 3.6，内标物 7.5。

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。典型的特丁硫磷原药气相色谱图见图 2。



1——溶剂；

2——特丁硫磷；

3——邻苯二甲酸二丁酯。

图 2 特丁硫磷原药气相色谱图

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液的配制

称取特丁硫磷标样 0.05 g(精确至 0.000 02 g),置于一具塞玻璃瓶中,用移液管准确加入 5 mL 内标溶液,摇匀。

4.3.5.2 试样溶液的配制

称取含特丁硫磷约 0.05 g 的试样(精确至 0.000 02 g),置于一具塞的玻璃瓶中,用与 4.3.5.1 中使用的同一支移液管准确加入 5 mL 内标溶液,摇匀。

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,计算各针相对响应值的重复性,待相邻两针特丁硫磷的相对响应值变化小于 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

4.3.6.1 特丁硫磷质量分数的计算

试样中的特丁硫磷质量分数 w_1 (%),按式(1)计算:

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

式中:

r_1 ——标样溶液中,特丁硫磷与内标物峰面积比的平均值;

r_2 ——试样溶液中,特丁硫磷与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——特丁硫磷标样的质量,单位为克(g);

m_2 ——试样的质量,单位为克(g);

w ——标样中特丁硫磷的质量分数,%。

4.3.7 允许差

两次平行测定结果之差,应不大于 1.2%,取其算术平均值作为测定结果。

4.4 特丁硫醇质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样用甲醇溶解,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,对试样中的特丁硫醇进行气相色谱分离,外标法定量。

4.4.2 试剂和溶液

甲醇;

特丁硫醇标样:已知质量分数 $\geq 99.0\%$ 。

4.4.3 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.)毛细管柱,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。

4.4.4 气相色谱操作条件

温度:柱温 30 $^{\circ}$ C,保持 5 min,然后以 25 $^{\circ}$ C/min 的速率升到 180 $^{\circ}$ C,再保持 15 min;气化室 200 $^{\circ}$ C,检测器室 200 $^{\circ}$ C;

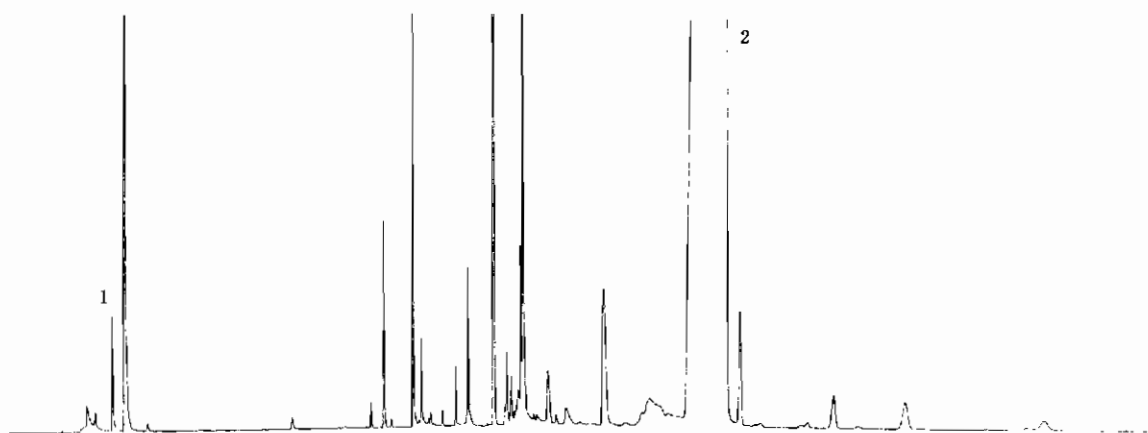
气体流量(mL/min) 载气(N₂)2.0,氢气 30,空气 300,补偿气(N₂)25;

分流比:40:1;

进样量(μ L):1.0;

保留时间(min):特丁硫醇 2.3。

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。典型的特丁硫磷原药中特丁硫醇气相色谱图见图3。



1——特丁硫醇;
2——特丁硫磷。

图3 特丁硫磷原药中特丁硫醇的气相色谱图

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的配制

称取特丁硫醇标样 0.01 g(精确至 0.000 02 g),置于 10 mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的配制

准确称取 10.0 mL 特丁硫磷原药的质量(精确至 0.000 2 g)。

4.4.5.3 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,计算各针相对响应值的重复性,待相邻两针特丁硫醇的相对响应值变化小于 5.0%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。

4.4.6 计算

试样中的特丁硫醇的质量分数 w_2 (%),按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot w}{r_1 \cdot m_2} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

r_1 ——标样溶液中,特丁硫醇峰面积的平均值;

r_2 ——试样溶液中,特丁硫醇峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量,单位为克(g);

m_2 ——10 mL 试样的质量,单位为克(g);

w ——标样中特丁硫醇的质量分数,%。

4.5 水分的测定

按 GB/T 1600 中的“卡尔·费休”法进行。

4.6 丙酮不溶物的测定

按 GB/T 19138 进行。

4.7 酸度的测定

4.7.1 试剂和溶液

95%乙醇;

氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH})=0.02 \text{ mol/L}$ ；按 GB/T 601 配制；

甲基红溶液：2 g/L 乙醇溶液。

4.7.2 测定步骤：

称取试样 1~2 g(精确至 0.002 g)，置于一个 250 mL 锥形瓶中，加入 95%乙醇 30 mL，摇动使试样溶解。加入 3 滴甲基红溶液，用 0.02 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液滴定至黄色即为终点。同时做空白测定。

试样的酸度 w_3 (%), 按式(3)计算：

$$w_3 = \frac{c \cdot M \cdot (V_1 - V_0)}{1\ 000 \cdot m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中：

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

V_1 ——滴定试样溶液，消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V_0 ——滴定空白溶液，消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

m ——试样质量，单位为克(g)；

M ——硫酸的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)， $[M(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 49]$ 。

4.8 产品的检验与验收

应符合 GB/T1604 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 特丁硫磷原药的标志、标签和包装，应符合 GB 20813 和 GB 3796 的规定。

5.2 特丁硫磷原药应用于净、内涂保护层的铁桶包装，每桶净含量 200 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，但要符合 GB 3796 的规定。

5.4 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：特丁硫磷属高毒杀虫剂，使用本品应带防护手套。防止口鼻吸入，皮肤或身体裸露部位接触本品后，应及时用肥皂和水洗净。万一发生中毒现象应及时请医生诊治。阿托品和解磷毒(PAM)是特效解毒剂。

5.7 验收期：特丁硫磷原药的验收期为 1 个月。从交货之日起，在一个月內完成产品质量验收，各项指标应符合标准要求。