



中华人民共和国国家标准

GB 20676—2006

特丁硫磷颗粒剂

Terbufos granules

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 颗 粒 剂

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： $\text{C}_9\text{H}_{21}\text{O}_2\text{PS}_3$

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：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)：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：在 pH<2 或 pH>9 的条件下分解

1 范围

本标准规定了特丁硫磷颗粒剂的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由特丁硫磷原药与适宜的助剂、包衣剂、着色剂和载体加工而成的特丁硫磷颗粒剂。

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 19136 农药热贮稳定性测定方法(GB/T 19136—2003,CIPAC MT46.1,MOD)

GB 20813 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特丁硫磷原药与适宜的助剂、包衣剂、着色剂和载体制成，为带有警戒色的松散颗粒，无可见的外来杂质。

3.2 特丁硫磷颗粒剂应符合表 1 要求。

表 1 特丁硫磷颗粒剂控制项目指标

项 目		指 标			
特丁硫磷质量分数/%	≥	3.0	5.0	10.0	15.0
水分/%	≤	2.5			
pH 值范围		5.0~8.0			
粒度范围(1 680 μm~120 μm)/%	≥	90			
脱落率 ^a /%	≤	3.0			
热贮稳定性 ^b		合格			
a、b 脱落率、热贮稳定性试验在正常生产情况下,至少每 3 个月检验一次。					

4 试验方法

4.1 抽样

按照 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

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。

当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 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 W AW 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≥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 μm~250 μm);

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 m×3.2 mm(i. d.)玻璃柱或不锈钢柱;

柱填充物:SE-30 涂渍在 Chromosorb WAW DMCS (180 μm~250 μm)上,固定液:(固定液+载体)=5:100。

4.3.4 气相色谱操作条件

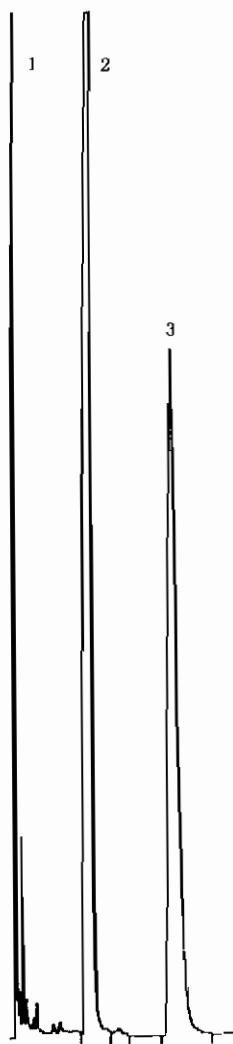
温度(°C):柱温 160,气化室 200,检测器室 200;

气体流量(mL/min):载气(N₂)30,氮气 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。典型的特丁硫磷颗粒剂气相色谱图见图1。



- 1—溶剂;
2—特丁硫磷;
3—邻苯二甲酸二丁酯。

图1 特丁硫磷颗粒剂气相色谱图

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,超声振荡 10 min,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

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中特丁硫磷与内标物峰面积之比,分别进行平均。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 ——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,对于 3%、5% 的特丁硫磷颗粒剂,应不大于 0.3%,对于 10%、15% 的特丁硫磷颗粒剂,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 粒度范围的测定

4.6.1 仪器

标准筛组:孔径 1 680 μm ~420 μm 的各一个,筛盖和底盘各一个;

电动振荡机。

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,准确称取 150 g 试样(精确至 0.1 g),置于上面筛上,加盖密封,将组合好的筛组安装在振荡机上,启动振筛机振荡 5 min。然后取出规定粒径范围内筛上物进行称量。

4.6.3 计算

试样的粒度 X_2 (%),按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

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。

钢球或瓷球:2 个($\phi 30 \pm 2$)。

振荡机:转速(50 ± 2)r/min。

4.7.2 测定步骤

准确称取已测过粒度的试样 50 g,放入盛有 2 个钢球或瓷球的标准筛中,将筛置于底盘上加盖,移至振荡机中固定后振荡 15 min,准确称取接盘内试样质量(精确至 0.1 g)。

4.7.3 计算

试样的脱落率 X_3 (%),按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

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 进行,于热贮后 24 h 内完成特丁硫磷质量分数的测定,特丁硫磷质量分数应不低于贮前测定含量的 95%。

4.9 产品的检验与验收

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 特丁硫磷颗粒剂的标志、标签和包装,应符合 GB 20813 和 GB 3796 的规定。

5.2 特丁硫磷颗粒剂应用铝塑复合袋密封包装。每袋分为 0.5 kg、1 kg、1.5 kg、2 kg 包装,每箱 10 袋。外包装用钙塑箱或瓦楞纸箱。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:特丁硫磷颗粒剂属中等毒有机磷杀虫剂。使用本品应带防护手套。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 保证期:在规定的贮运条件下,特丁硫磷颗粒剂的保证期,从生产日期算起为 2 年。在保证期内,特丁硫磷颗粒剂中各项指标均应符合标准要求。