



中华人民共和国国家标准

GB 20678—2006

溴敌隆原药

Bromadiolone 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。

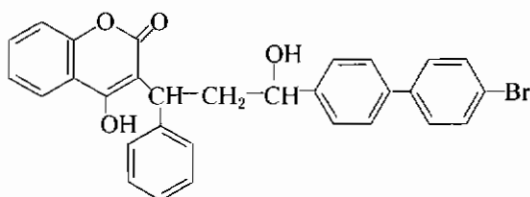
溴 敌 隆 原 药

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： $C_{30}H_{23}BrO_4$

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。

本标准适用于由溴敌隆及其生产中产生的杂质组成的溴敌隆原药。

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 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 20813 农药产品标签通则

3 要求

3.1 外观：白色或灰白色粉末。

3.2 溴敌隆原药应符合表 1 要求。

表 1 溴敌隆原药控制项目指标

项 目	指 标
溴敌隆质量分数/%	≥ 97.0
溴敌隆 A 与溴敌隆 B 物质的量之比 $\alpha(A/B)$	≤ 0.30
干燥减量/%	≤ 1.0
pH 值范围	5.0~9.0

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

高效液相色谱法——本鉴别试验可与溴敌隆的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液中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。

红外光谱法——试样与标样在 4000 cm^{-1} ~ 400 cm^{-1} 范围内的红外吸收光谱图应无明显差异。标样红外光谱图见图 1。

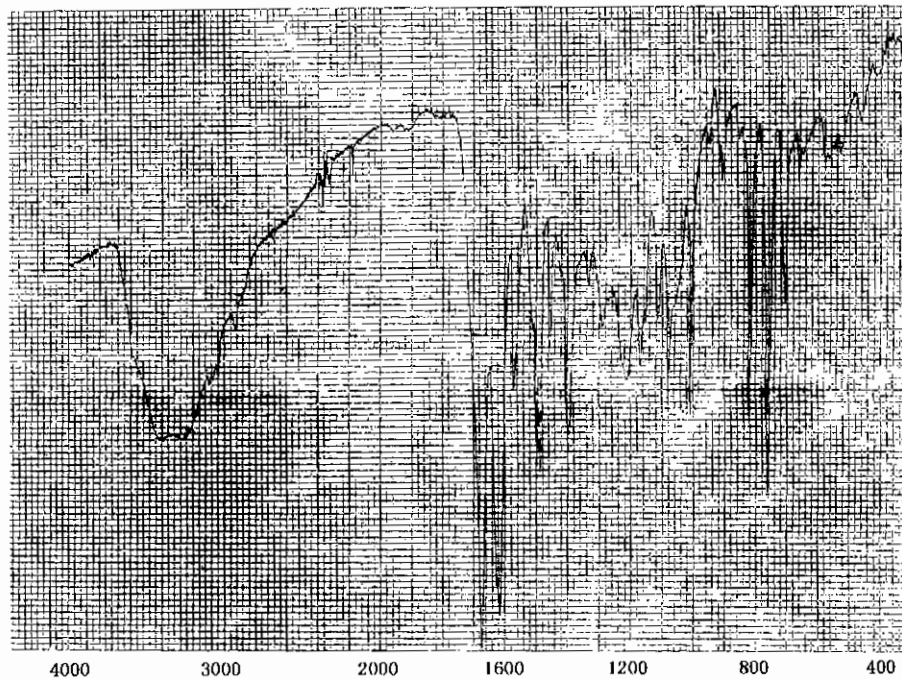


图 1 溴敌隆标样的红外光谱图

4.3 溴敌隆质量分数以及 $\alpha(A/B)$ 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 C₁₈ 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 $^{\circ}\text{C}$)；

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。
典型的溴敌隆原药高效液相色谱图见图 2。

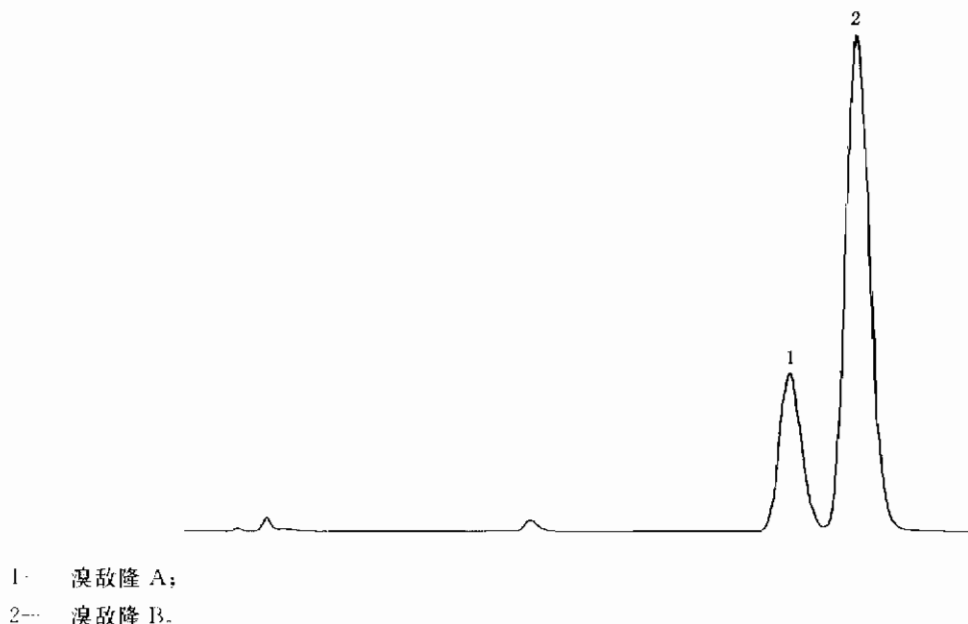


图 2 溴敌隆原药的高效液相色谱图

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液的制备

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

准确称取含溴敌隆 0.1 g(精确至 0.000 2 g)的溴敌隆原药于 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。

4.3.5.3 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:

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

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,%。

试样中 α (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

溴敌隆的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 干燥减量的测定

4.4.1 仪器

烘箱:105℃±2℃;

称量瓶:内径 70 mm,高 40 mm;

干燥器。

4.4.2 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)。

4.4.3 计算

试样中干燥减量的质量分数 w_2 (%),按式(3)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \dots\dots\dots(3)$$

式中:

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,g。

4.4.4 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。

4.5 pH 值测定

按 GB/T 1601 进行。

4.6 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 溴敌隆原药的标志、标签、包装,应符合 GB 20813 和 GB 3796 的规定。

5.2 溴敌隆原药应用清洁、干燥、内衬塑料袋的编织袋包装,每袋净含量为 0.5 kg、1.0 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 溴敌隆原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 验收期:溴敌隆原药验收期为 1 个月。从交货之日起,在一个月內,完成产品质量验收,其各项指标均应符合标准要求。
