

中华人民共和国国家标准

GB 20690—2006

溴鼠灵原药

Brodifacoum technical material

2006-08-24 发布

2007-04-01 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:农业部农药检定所。

本标准主要起草人:王国联、姜宜飞、黄修柱、单炜力。

本标准为首次发布。

溴鼠灵原药

该产品有效成分溴鼠灵的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

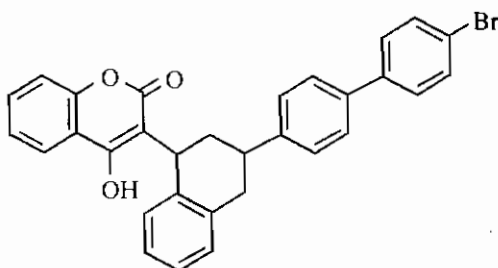
ISO 通用名称：brodifacoum

CA 登记号：56073-10-0

化学名称：3-[3-(4'-溴联苯-4-基)-1,2,3,4-四氢-1-萘基]-4-羟基香豆素。

溴鼠灵组成：溴鼠灵由一对顺、反异构体溴鼠灵 A 和溴鼠灵 B 组成。

结构式：



实验式： $C_{31}H_{23}O_3Br$

相对分子质量：523.4(按 2001 年国际相对原子质量计)。

生物活性：杀鼠。

熔点：228℃~232℃。

蒸气压(20℃)：<0.001 mPa。

溶解度(mg/L, 20℃)：水 3.8×10^{-3} (pH 值 5.2)、0.24 (pH 值 7.4)、10 (pH 值 9.3)，丙酮 20，三氯甲烷 3。

稳定性：<50℃ 稳定；在日光直接照射下稳定 30 d。

1 范围

本标准规定了溴鼠灵原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由溴鼠灵及其生产中产生的杂质组成的溴鼠灵原药。

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/T 19138 农药丙酮不溶物测定方法

3 要求

3.1 外观：固体粉末，无可见外来杂质。

3.2 溴鼠灵原药应符合表 1 要求。

表 1 溴鼠灵原药控制项目指标

项 目	指 标
溴鼠灵质量分数/%	\geq 95.0
顺、反异构体的比例 $\alpha(A/B)$	1.0~4.0
pH 值范围	4.0~8.0
干燥减量/%	\leq 1.0
丙酮不溶物/%	\leq 0.5

4 试验方法

4.1 抽样

按 GB/T 1605—2001 中“商品原药采样”进行。用随机数表法确定抽样的包装件,最终抽样量不少于 100 g。

4.2 鉴别试验

高效液相色谱法——本鉴别试验可与溴鼠灵含量的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液某个两色谱峰的保留时间与标样溶液中溴鼠灵 A 与溴鼠灵 B 色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

红外光谱法——试样与标样在 $4000\text{ cm}^{-1}\sim 400\text{ cm}^{-1}$ 范围内的红外吸收光谱图,应没有明显的差异,见图 1。

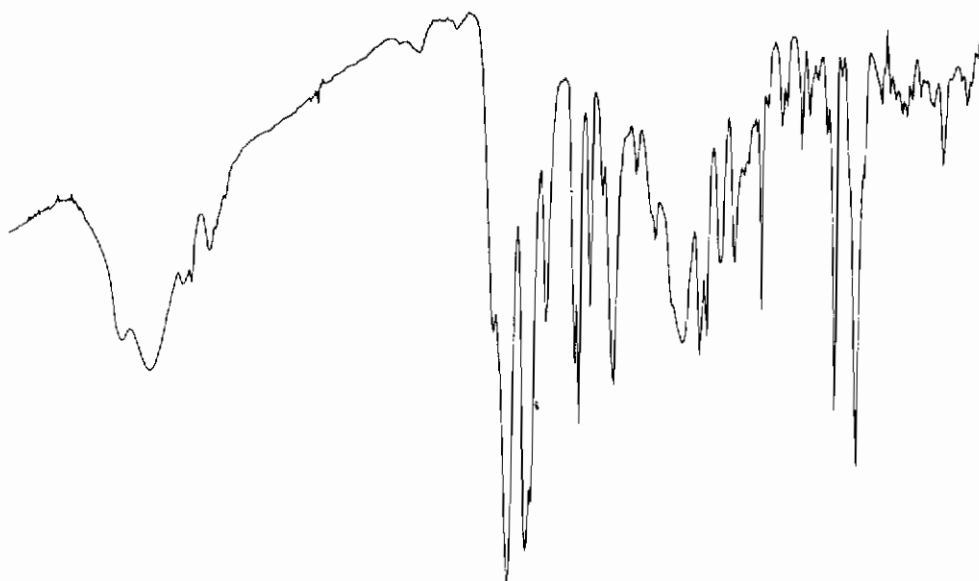


图 1 溴鼠灵标样的红外光谱图

4.3 溴鼠灵质量分数以及 $\alpha(A/B)$ 的测定

4.3.1 方法提要

试样用甲醇和二氯甲烷的混合溶剂溶解,以甲醇和水为流动相,使用以 Eclipse XDB-C₈ (5 μm) 为填料的不锈钢柱和可变波长紫外检测器,对试样中的溴鼠灵进行反相高效液相色谱分离和测定,外标法定量。

4.3.2 试剂和溶液

甲醇:色谱纯;

磷酸;

二氯甲烷；

混合溶剂：甲醇(V)：二氯甲烷(V)=3：2；

水：新蒸二次蒸馏水；

溴鼠灵标样：已知溴鼠灵质量分数 $\geq 99.0\%$ 。

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 4.6 mm(i. d.)不锈钢柱，内装 Eclipse XDB-C₈ (5 μ m) 填料；

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μ m；

微量进样器：100 μ L；

定量进样管：10 μ L；

超声波清洗器。

4.3.4 高效液相色谱操作条件

流动相：甲醇(V)：水(V)(用磷酸调至 pH=3)=80：20；

流量：1.0 mL/min；

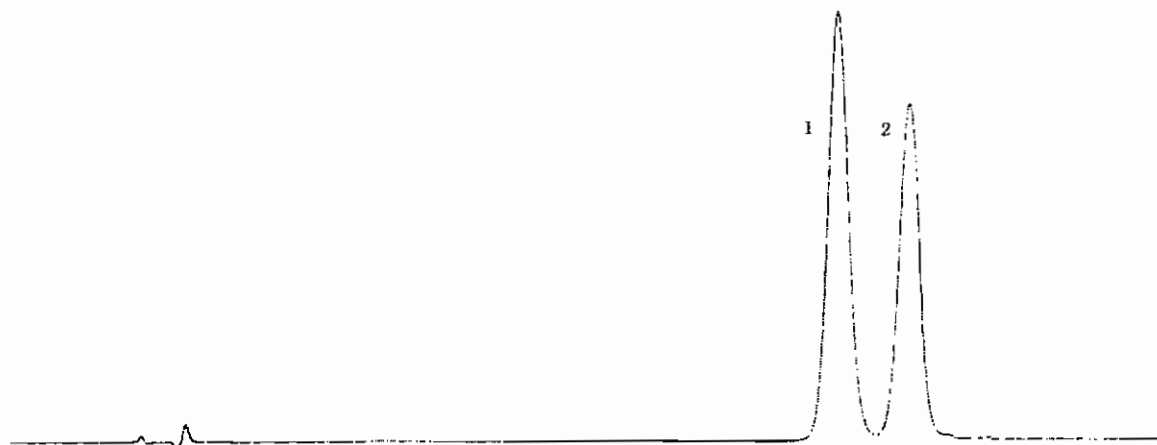
柱温：室温(温差变化应不大于 2 $^{\circ}$ C)；

检测波长：254 nm；

进样体积：10 μ L；

保留时间：溴鼠灵 A 约 9.3 min、溴鼠灵 B 约 10.1 min。

上述操作条件，系典型操作参数，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。典型的溴鼠灵原药高效液相色谱图见图 2。



1— 溴鼠灵 A；

2— 溴鼠灵 B。

图 2 溴鼠灵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

称取溴鼠灵标样 0.05 g(精确至 0.000 2 g)，置于 100 mL 容量瓶中，用甲醇和二氯甲烷混合溶剂溶解并稀释至刻度，摇匀。

4.3.5.2 试样溶液的制备

称取含溴鼠灵 0.05 g 的试样(精确至 0.000 2 g)，置于 100 mL 容量瓶中，用甲醇和二氯甲烷混合溶剂溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

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,直至相邻两针溴鼠灵响应值相对变化小于1.5%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。

4.3.6 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溴鼠灵峰面积分别进行平均。试样中溴鼠灵的质量分数 w_1 (%),按式(1)计算:

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

式中:

r_1 ——标样溶液中,溴鼠灵 A 与溴鼠灵 B 峰面积和的平均值;

r_2 ——试样溶液中,溴鼠灵 A 与溴鼠灵 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 ——标样中溴鼠灵的质量分数,%。

试样中溴鼠灵顺、反异构体的比例 α (A/B),按式(2)计算:

$$\alpha(A/B) = \frac{r_A}{r_B} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

r_A ——两针试样溶液中,溴鼠灵 A 峰面积和的平均值;

r_B ——两针试样溶液中,溴鼠灵 B 峰面积和的平均值。

4.3.7 允许差

溴鼠灵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

称取10 g 试样(精确至0.000 2 g),置于已恒重的称量瓶中,使其铺成平滑均匀层,置称量瓶于105℃±2℃的烘箱中放置1 h(使达到恒重)。取出放入干燥器中,使试样冷却至室温,称量。

试样干燥减量质量分数 w_2 (%),按式(3)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

m_1 ——称量瓶与试样的质量,单位为克(g);

m_2 ——烘干后称量瓶与试样的质量,单位为克(g);

m_0 ——试样的质量,单位为克(g)。

4.5 pH值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.6 丙酮不溶物的测定

按 GB/T 19138 进行。

4.7 产品的检验与验收

应符合 GB/T 1604 的规定。极限数值的处理采用修约值比较法。

5 标志、标签、包装、贮运

5.1 溴鼠灵原药的标志、标签、包装,应符合 GB 3796 的规定。

- 5.2 溴鼠灵原药应用清洁、干燥的塑料瓶包装,每瓶净含量为 0.25 kg、0.5 kg。也可根据用户要求或订货协议,采用其他形式的包装,但应符合 GB 3796 的规定。
- 5.3 溴鼠灵原药包装件应贮存在通风、干燥的库房中。
- 5.4 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。
- 5.5 安全:溴鼠灵属剧毒杀鼠剂。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。如果误服(几小时内),可用干净的手指插入喉咙引吐,并立即送往医院。解毒药维生素 K。
- 5.6 验收期:溴鼠灵原药验收期为 1 个月。从交货之日起,在一个月內,完成产品质量验收,其各项指标应符合标准要求。
-