



中华人民共和国国家标准

GB/T 34771—2017

毒死蜱颗粒剂

Chlorpyrifos granule

2017-11-01 发布

2018-05-01 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

目 次

前言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 要求	1
3.1 组成和外观	1
3.2 技术指标	1
4 试验方法	2
4.1 一般规定	2
4.2 抽样	2
4.3 鉴别试验	2
4.4 毒死蜱质量分数的测定	2
4.5 治螟磷质量分数的测定	4
4.6 水分的测定	6
4.7 pH 值的测定	6
4.8 粒度范围的测定	6
4.9 松密度和实密度	6
4.10 脱落率测定	8
4.11 热贮稳定性试验	8
4.12 产品的检验与验收	8
5 标志、标签、包装、贮运、安全和保证期	8
5.1 标志、标签、包装	8
5.2 贮运	9
5.3 安全	9
5.4 保证期	9
附录 A (资料性附录) 毒死蜱及其相关杂质治螟磷的其他名称、结构式和基本物化参数	10
附录 B (资料性附录) 毒死蜱的气相色谱测定方法	11

前　　言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

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:安徽华星化工股份有限公司、山东天成生物科技有限公司、东莞市瑞德丰生物科技有限公司、浙江新农化工股份有限公司、陕西上格之路生物科学有限公司、南京红太阳股份有限公司。

本标准主要起草人:侯春青、李东、殷宏树、李亮、戴兰芳、蔡河财、张崇斌、刘奎涛。



毒死蜱颗粒剂

1 范围

本标准规定了毒死蜱颗粒剂的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运和保证期。

本标准适用于由毒死蜱原药与适宜的载体和助剂加工成的毒死蜱颗粒剂。

注：毒死蜱及其相关杂质治螟磷的其他名称、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 1600 农药水分测定方法

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 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 19136 农药热贮稳定性测定方法

3 要求

3.1 组成和外观

毒死蜱颗粒剂由符合标准的毒死蜱原药与适宜的载体和助剂制成，为干燥、自由流动的松散颗粒，无可见的外来物和硬块，基本无粉尘。

3.2 技术指标

毒死蜱颗粒剂应符合表1要求。

表 1 毒死蜱颗粒剂控制项目指标

项 目	指 标		
	5%	10%	15%
毒死蜱质量分数/%	5.0 ^{+0.5} _{-0.5}	10.0 ^{+1.0} _{-1.0}	15.0 ^{+1.5} _{-1.5}
治螟磷质量分数/% ≤	0.02	0.04	0.06
水分/% ≤		5.0	
pH 值范围	5.0~8.0		
粒度范围(450 μm~1 800 μm 试验筛之间物)/% ≥	90		

表 1(续)

项 目	指 标		
	5%	10%	15%
松密度/(g/mL)		0.6~1.2	
实密度/(g/mL)		0.8~1.4	
脱落率/%	≤	5	
热贮稳定性*		合格	
* 正常生产时, 治螟磷质量分数、热贮稳定性试验每3个月至少测定一次。			

4 试验方法

安全提示: 使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施, 并保证符合国家有关法规的规定。

4.1 一般规定

本标准所用试剂和水在没有注明其他要求时, 均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中的 4.3.3 修约值比较法进行。

4.2 抽样

按照 GB/T 1605—2001 中的 5.3.3 固体制剂采样方法进行。用随机数表法确定抽样的包装件数; 最终抽样量不少于 600 g。

4.3 鉴别试验

液相色谱法——本鉴别试验可与毒死蜱质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下, 试样溶液中主色谱峰的保留时间与标样溶液中毒死蜱的色谱峰的保留时间, 其相对差值应在 1.5% 以内。

气相色谱法——本鉴别试验可与毒死蜱质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下, 试样溶液中主色谱峰的保留时间与标样溶液中毒死蜱的色谱峰的保留时间, 其相对差值应在 1.5% 以内。

4.4 毒死蜱质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样用流动相溶解, 以乙腈十冰乙酸为流动相, 使用以 C₁₈ 为填料的不锈钢柱和紫外检测器在波长 290 nm 下, 对试样中的毒死蜱进行反相高效液相色谱分离, 外标法定量。毒死蜱质量分数的测定也可采用气相色谱法, 色谱操作条件参见附录 B。当发生质量争议时, 以液相色谱法为仲裁法。

4.4.2 试剂和溶液

乙腈: 色谱级。

冰乙酸。

水: 超纯水或新蒸二次蒸馏水。

毒死蜱标样: 已知质量分数, $w \geq 99.0\%$ 。

4.4.3 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:200 mm×4.6 mm(内径)不锈钢柱,内装 C₁₈、5 μm 填充物(或具等同效果的色谱柱)。

过滤器:滤膜孔径约 0.45 μm。

定量进样管:5 μL。

超声波清洗器。

4.4.4 高效液相色谱操作条件

流动相: ϕ (乙腈:水:冰乙酸)=82:17.5:0.5,经滤膜过滤,并进行脱气。

流速:1.0 mL/min。

柱温:室温(温差变化应不大于 2 ℃)。

检测波长:290 nm。

进样体积:5 μL。

保留时间:毒死蜱 约 6.5 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。典型的毒死蜱颗粒剂高效液相色谱图见图 1。



说明:

1——毒死蜱。

图 1 毒死蜱颗粒剂的高效液相色谱图

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的制备

称取 0.1 g(精确至 0.000 1 g)毒死蜱标样于 100 mL 容量瓶中,用流动相定容至刻度,超声波振荡 5 min 使试样溶解,冷却至室温,摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.5 g(精确至 0.000 1 g)毒死蜱的试样于一烧杯中,加入 20 mL~30 mL 乙腈,超声震荡 20 min,过滤,滤渣继续用乙腈萃取两次,合并萃取液,用乙腈转移至 100 mL 容量瓶中,加入流动相定容至刻度,摇匀。用移液管移取上述溶液 2 mL 至 10 mL 容量瓶中,加入流动相定容至刻度,摇匀,

280 ℃。

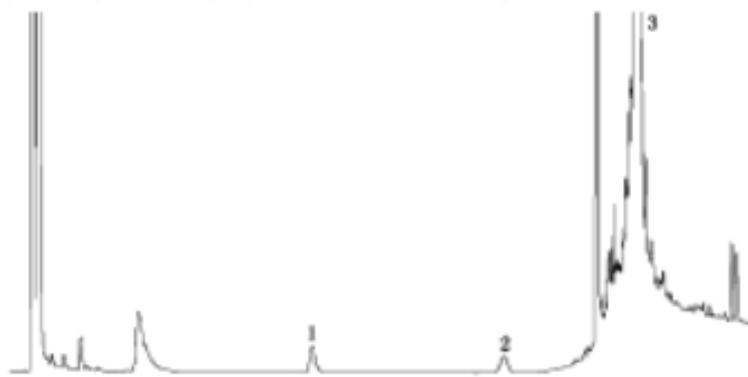
气体流量(mL/min):载气(N_2)2.0,氢气 30,空气 300。

分流比:30:1。

进样量:1.0 μ L。

保留时间:治螟磷约 17.3 min,正十八烷约 28.1 min,毒死蜱约 33.6 min。

上述操作条件为典型操作系数,可根据不同仪器特点,对给定的操作参数作适当的调整,以期获得最佳效果,典型的毒死蜱颗粒剂中治螟磷与内标物的气相色谱图见图 2。



说明:

1——治螟磷;

2——正十八烷;

3——毒死蜱.

图 2 毒死蜱颗粒剂中治螟磷与内标物的气相色谱图

4.5.5 测定步骤

4.5.5.1 标样溶液的配制

称取治螟磷标样 0.03 g(精确至 0.000 1 g)于 10 mL 容量瓶中,加入丙酮定容至刻度,再用移液管移取 1 mL 溶液至一具塞玻璃瓶中,用移液管准确加入 5 mL 内标溶液,摇匀备用。

4.5.5.2 试样溶液的配制

称取含 1 g(精确至 0.000 1 g)毒死蜱的试样于一烧杯中,加入 20 mL~40 mL 丙酮,超声震荡 20 min,过滤,滤渣继续用丙酮萃取两次,合并萃取液,用 4.5.5.1 的同一移液管准确加入 5 mL 内标溶液,摇匀备用。

4.5.5.3 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。待相邻两针相对响应值变化小于 10% 时,按照下列顺序进行气相色谱分析:标样溶液,试样溶液,试样溶液,标样溶液。

4.5.6 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的治螟磷与内标物峰面积之比,分别进行平均。治螟磷的质量分数按式(2)计算:

的距离,垂直跌落至一个橡胶基垫上,如此重复 50 次,测量其体积得实密度。

4.9.2 仪器

具塞量筒:量程 250 mL,精度最少为 ± 2 mL,从 25 mL 到 250 mL 刻度值的最小分度值为 2 mL,从 0 到 250 mL 刻度值的距离为 22 cm~24 cm。

橡胶基垫:具有 35~50 国际橡胶硬度值(IRHD),或其他类似硬度的材料,如氯丁橡胶片。

蜡光纸。

秒表。

天平:精度最少为 ± 0.1 g。

跌落箱:应放置在坚硬稳固的实验台上。

4.9.3 测定步骤

将样品放置在蜡光纸上,将蜡光纸形成一个斜道,以约 45°斜角平稳缓慢地将样品滑入一个已知质量的量筒中,直至约占 90% 量筒标示体积,轻轻弄平样品表面,切勿摇晃量筒,测量其体积(精确至 2 mL),然后称取样品的重量(精确至 0.1 g)。盖上橡胶塞,小心地将量筒放入实密度测定装置的跌落箱内(见图 3),轻握量筒上部,提高 25 mm(在提高的过程中轻轻旋转量筒约 10 度有助于样品形成水平表面),使其跌落在橡胶基垫上,每 2 s 颠 1 次,如此重复 50 次,测量并记录颗粒体积(精确至 2 mL)。

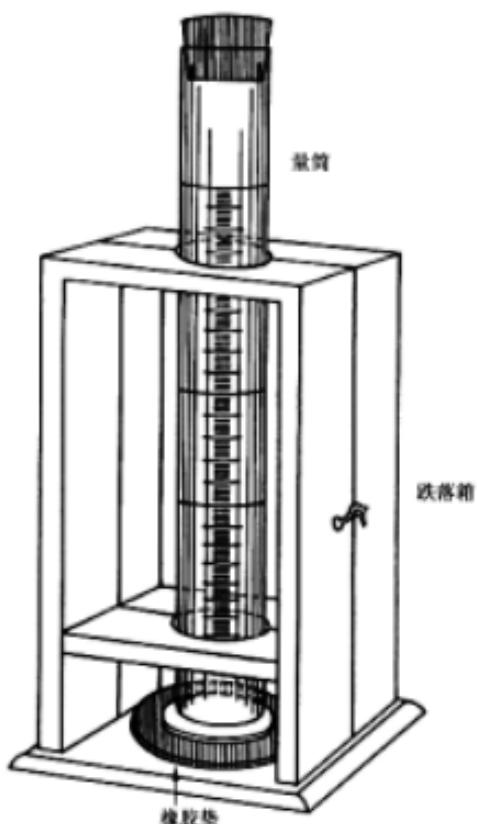


图 3 实密度测定装置示意图

4.9.4 计算

试样的松密度和实密度按式(4)和式(5)计算:

要求或订货协议,采用其他形式的包装,但需符合 GB 3796 的规定。

5.2 贮运

毒死蜱颗粒剂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

本品属中等毒性杀虫剂。使用本品时要戴防护镜和胶皮手套,穿必要的防护衣物。施药后应用肥皂和清水冲洗。误服者应立即送医院对症治疗。

5.4 保证期

在规定的贮运条件下,毒死蜱颗粒的保证期,从生产日期起为两年。

附 名 A
(资料性附录)

毒死蜱及其相关杂质治螟磷的其他名称、结构式和基的物化参数

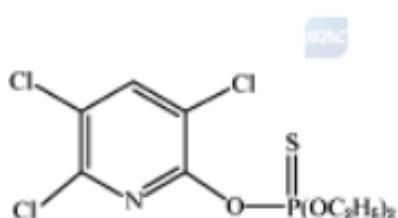
A.1 本产品有效成分蜱死蜱的其他名称、结构式和基的物化参数

ISO 通用名称:chlorpyrifos

CAS 登录号:2921-88-2

化学名称:*O,O*-二乙基*O*-(3,5,6-三氯-2-吡啶基)硫代磷酸酯

结构式:



实验式: $C_8H_{11}Cl_3NO_3PS$

相对分子质量:350.6

生物活性:杀虫

熔点:42 ℃~43.5 ℃

溶解度(25 ℃,g/kg):水中 1.4 mg/L(25 ℃);苯 7 900,丙酮 6 500,氯仿 6 300,二硫化碳 5 900,乙醚 5 100,二甲苯 5 000,异辛醇 790,甲醇 450

稳定性:在通常的贮存条件下稳定,其水解速率随 pH 值、温度升高而加速,在铜和其他金属存在时生成螯合物,水解半衰期 DT_{50} 为 1.5 d(pH 为 8,25 ℃)至 100 d(磷酸缓冲溶液 pH 为 7,15 ℃)

A.2 本产品中基质治螟中的名称、结构式和基的物化参数

ISO 通用名称:sulfotep

化学名称:*O,O,O,O'*-四乙基二硫代焦磷酸酯

结构式:



实验式: $C_{14}H_{28}O_5P_2S_2$

相对分子质量:322.32

蒸汽压:为 1.4×10^{-5} Pa(20 ℃)

溶解度:在水中溶解度为 10 mg/L,易溶于大多数有机溶剂。

稳定性:不易水解,降解半衰期分别为 10.7 d(pH 4)、8.2 d(pH 7)和 9.1 d(pH 9)(22 ℃)。

附录 B
(资料性附录)
毒死蜱的气相色谱测定方法

B.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解,以邻苯二甲酸二正戊酯为内标,使用 HP-5 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的毒死蜱进行气相色谱分离和测定。

B.2 试剂和溶液

三氯甲烷。

毒死蜱标准品:已知质量分数, $w \geq 99.0\%$ 。

内标物:邻苯二甲酸二正戊酯,应不含有干扰色谱分析的杂质。

内标溶液:称取邻苯二甲酸二正戊酯 4 g(精确至 0.1 g)于 500 mL 容量瓶中,用三氯甲烷溶解定容,摇匀备用。

B.3 仪器

气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器。

色谱柱:HP-5 30 m×0.32 mm(内径)毛细管柱,液膜厚 0.25 μm。

微量进样器:10 μL。

B.4 色谱操作条件

温度:柱温 180 °C,汽化室 250 °C,检测器 250 °C。

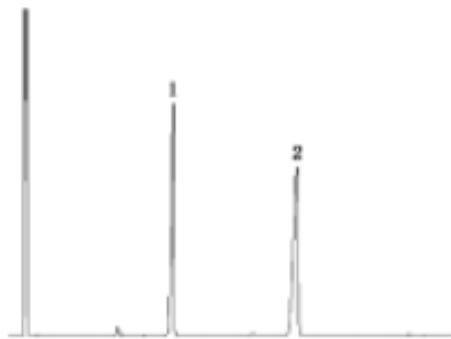
气体流量(mL/min):载气(N₂)2.0,氢气 30,空气 300。

分流比:30:1。

进样量:1.0 μL。

保留时间:毒死蜱 约 7.8 min,邻苯二甲酸二正戊酯 约 13.1 min。

上述操作条件系典型操作系数,可根据不同仪器特点,对给定的操作参数作适当的调整,以期获得最佳效果,典型的毒死蜱颗粒剂中毒死蜱与内标物的气相色谱图见图 B.1。



说明：

1——毒死蜱；

2——邻苯二甲酸二正戊酯。

图 B.1 毒死蜱颗粒剂中毒死蜱与内标物的气相色谱图

B.5 测定步骤

B.5.1 标样溶液的配制

称取毒死蜱标样 0.1 g(精确至 0.000 1 g)于一具塞玻璃瓶中,用移液管准确加入 5 mL 内标溶液,摇匀。

B.5.2 试样溶液的配制

称取含 0.5 g(精确至 0.000 1 g)毒死蜱的试样于一烧杯中,加人 20 mL~30 mL 丙酮,超声震荡 20 min,过滤,滤渣继续用丙酮萃取两次,合并萃取液,定容至 10 mL 容量瓶中,用移液管移取 2 mL 上述溶液至一具塞小瓶中,准确加入 5 mL 内标溶液,摇匀。

B.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。待相邻两针相对响应值变化小于 1.5% 时,按照下列顺序进行气相色谱分析:标样溶液,试样溶液,试样溶液,标样溶液。

B.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的毒死蜱与内标物峰面积之比,分别进行平均。毒死蜱的质量分数按式(B.1)计算:

$$w_1 = \frac{r_2 \times m_1 \times w}{r_1 \times m_2} \times 5 \quad \text{.....(B.1)}$$

式中：

w_1 ——试样中毒死蜱的质量分数, %;

r_2 ——两针试样溶液中毒死蜱与内标物峰面积之比的平均值;

m_1 ——毒死蜱标样的质量,单位为克(g);

w ——标样中毒死蜱的质量分数, %;
 r_1 ——两针标样溶液中毒死蜱与内标物峰面积之比的平均值;
 m_2 ——试样的质量, 单位为克(g);
5 ——样品稀释倍数。

B.7 允许差

毒死蜱质量分数两次平行测定结果之差, 5%颗粒剂应不大于 0.2%, 10%、15%颗粒剂应不大于 0.4%, 取其算术平均值作为测定结果。

