

ICS 65.100  
G 25



# 中华人民共和国国家标准

GB 20685—2006

GB 20685—2006

## 硫丹原药

Endosulfan technical

中华人民共和国  
国家标准  
硫丹原药  
GB 20685—2006

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 23 千字  
2007年4月第一版 2007年4月第一次印刷

\*

书号:155066·1-29131 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB 20685—2006

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

附录 A  
(资料性附录)

液相色谱测定硫丹质量分数和  $\alpha/\beta$  的方法

A.1 方法提要

试样用异辛烷+二氧六环溶解,以异辛烷+二氧六环+甲醇为流动相,使用 Lichrosphere SI-60 为填充物的不锈钢柱和紫外检测器,对试样中的硫丹进行正相液相色谱分离和测定。

A.2 试剂和溶液

异辛烷:色谱纯;  
二氧六环:色谱纯;  
甲醇:色谱纯;  
硫丹标样:已知质量分数 $\geq 99.0\%$ 。

A.3 仪器

液相色谱仪:具有紫外可变波长检测器和定量进样阀;  
色谱数据处理机或色谱工作站;  
色谱柱:4.6 mm(i. d.) $\times$ 200 mm 不锈钢柱,内装 Lichrosphere SI-60、粒径为 5  $\mu\text{m}$  的填充物(或具有相同柱效的其他正相色谱柱);  
过滤器:滤膜孔径约 0.45  $\mu\text{m}$ ;  
微量进样器:50  $\mu\text{L}$ 。

A.4 液相色谱操作条件

流动相: $\psi$ (异辛烷:二氧六环:甲醇)=97.5:2.5:0.3;  
流动相流量:1.5 mL/min;  
柱温:室温(温差变化应不大于 2 $^{\circ}\text{C}$ );  
检测波长:230 nm;  
进样体积:10  $\mu\text{L}$ ;  
保留时间: $\alpha$ -硫丹 约 3.1 min、 $\beta$ -硫丹 约 12.3 min。

上述液相色谱操作条件,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。典型的硫丹原药的液相色谱图见图 A.1。

A.5 测定步骤

A.5.1 标样溶液的配制

称取硫丹标样 0.02 g(精确至 0.000 2 g),置于 50 mL 容量瓶中,加入 40 mL 流动相,放入超声波浴槽中超声溶解 10 min。取出,冷却至室温后,用流动相定容,摇匀。

A.5.2 试样溶液的配制

称取试样 0.02 g(精确至 0.000 2 g),置于 50 mL 容量瓶中,加入 40 mL 流动相,放入超声波浴槽中超声溶解 10 min。取出,冷却至室温后,用流动相定容,摇匀。

A.5.3 测定

在上述色谱操作条件下,待仪器稳定后,连续注入数针标样溶液,直至相邻两针硫丹峰面积相对变

## 前 言

本标准的第 3 章、第 5 章是强制性的,其余是推荐性的。

本标准附录 A 是资料性附录。

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。

本标准参加起草单位:拜尔作物科学天津公司、德州恒东农药化工有限公司。

本标准主要起草人:许来威、邢红、刘菁、贾爱君、孟香清。

本标准委托全国农药标准化技术委员会秘书处负责解释。

标物峰面积之比的重复性,待相邻两针硫丹醚(或硫丹醇)与内标物峰面积比的相对变化小于3.0%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

试样中硫丹醚(或硫丹醇)的质量分数  $w_2$  (%)按式(5)计算:

$$w_2 = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot w}{r_1 \cdot m_2} \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

$r_1$ ——标样溶液中,硫丹醚(或硫丹醇)与内标物峰面积比的平均值;

$r_2$ ——试样溶液中,硫丹醚(或硫丹醇)与内标物峰面积比的平均值;

$m_1$ ——硫丹醚(或硫丹醇)标样的质量,单位为克(g);

$m_2$ ——试样的质量,单位为克(g);

$w$ ——硫丹醚(或硫丹醇)标样中硫丹醚(或硫丹醇)的质量分数, %。

#### 4.5 酸度的测定

##### 4.5.1 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—2002 中 4.1 配制和标定;

甲基红:1 g/L 乙醇溶液;

溴甲酚绿:1 g/L 乙醇溶液;

混合指示剂:取 2 mL 甲基红乙醇溶液和 10 mL 溴甲酚绿乙醇溶液,混合均匀。

##### 4.5.2 测定步骤

称取试样 2 g(精确至 0.002 g),置于一个 250 mL 锥形瓶中,加入 95%乙醇 50 mL,摇动使试样溶解。加入 6 滴混合指示剂,用 0.02 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液滴定,溶液由红色变为亮绿色即为终点。同时做空白测定。

##### 4.5.3 计算

试样的酸度  $w_4$  (%),按式(6)计算:

$$w_4 = \frac{c \cdot M \cdot (V_1 - V_0)}{1\,000 \cdot m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (6)$$

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);

$m$ ——试样的质量,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), $[M(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4)=49]$ 。

#### 4.6 丙酮不溶物的测定

按 GB/T 19138 进行。

#### 4.7 干燥减量的测定

##### 4.7.1 仪器与器具

称量瓶:内径 50 mm,高 20 mm;

烘箱: $100^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ ;

干燥器。

##### 4.7.2 测定步骤

将称量瓶放入  $100^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$  的烘箱中烘 1.0 h,然后放入干燥器中冷却至室温称量(精确至 0.000 1 g)。

## 硫丹原药

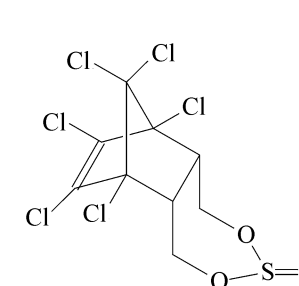
该产品有效成分硫丹的其他名称、结构式和基本物化参数如下:

ISO 通用名称: endosulfan

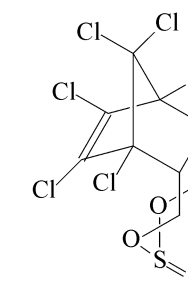
CIPAC 数字代码: 89

化学名称: (1,4,5,6,7,7-六氯-9,9,10-三降冰片-5-烯-2,3-亚基双甲撑)亚硫酸酯。

结构式:



$\alpha$ -硫丹



$\beta$ -硫丹

实验式:  $\text{C}_9\text{H}_6\text{Cl}_6\text{O}_3\text{S}$

相对分子质量: 406.9 (按 2001 年国际相对原子质量计)。

生物活性: 杀虫。

熔点:  $\alpha$ -硫丹:  $109.2^\circ\text{C}$ ;  $\beta$ -硫丹:  $213.3^\circ\text{C}$ 。

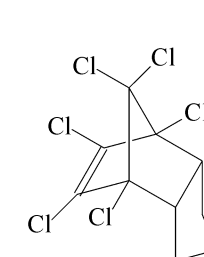
密度( $20^\circ\text{C}$ ):  $1.8 \text{ g/cm}^3$ 。

蒸气压( $20^\circ\text{C}$ ):  $0.83 \text{ mPa}$ (混合物中  $\alpha$ -硫丹与  $\beta$ -硫丹的物质的量之比  $\alpha/\beta$  为 2:1)。

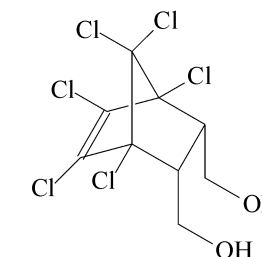
溶解度( $20^\circ\text{C}$ , g/L): 水中  $\alpha$ -硫丹  $3.2 \times 10^{-4}$ 、 $\beta$ -硫丹  $3.3 \times 10^{-4}$ , 乙酸乙酯 200、二氯甲烷 200、甲苯 200、乙醇 65、正己烷 24。

稳定性: 对日光稳定;在酸性或碱性水溶液中缓慢水解为硫丹醇和二氧化硫。

该产品中生产性杂质硫丹醚、硫丹醇的结构式如下:



硫丹醚



硫丹醇

#### 1 范围

本标准规定了硫丹原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由硫丹和生产中产生的杂质组成的硫丹原药。

#### 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