

ICS 65.100
G 25



中华人民共和国国家标准

GB 6695—1998

GB 6695—1998

20 % 氰戊菊酯乳油

20 % Fenvalerate emulsifiable concentrates

中华人民共和国
国家标准
20 % 氰戊菊酯乳油
GB 6695—1998

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

电话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 3/4 字数 14 千字
1999年3月第一版 1999年3月第一次印刷
印数 1—800

*

书号: 155066·1-15555 定价 10.00 元

*

标目 366—26



GB 6695—1998

1998-10-19 发布

1999-04-01 实施

国家质量技术监督局 发布

附录 A

(标准的附录)

以氢气为载气的氰戊菊酯含量的气相色谱测定

A1 方法提要

试样用丙酮溶解,以邻苯二甲酸二癸酯为内标物,使用装以 1.5%DC-11+5%QF-1/Chromosorb W AW-DMCS(147 μm ~175 μm)为填充物的玻璃柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的氰戊菊酯进行气相色谱分离和测定。

A2 试剂和溶液

- a) 丙酮;
- b) 三氯甲烷;
- c) 正丁醇;
- d) 氰戊菊酯标样:已知含量, $\geq 98.0\%$;
- e) 内标物:邻苯二甲酸二癸酯,应不含有干扰分析的杂质;
- f) 固定液:QF-1;DC-11;
- g) 载体:Chromosorb W AW-DMCS 147 μm ~175 μm 。

A3 仪器

气相色谱仪:具氢火焰离子化检测器;
 色谱数据处理机;
 色谱柱:2 m \times 3 mm(id)玻璃柱;
 柱填充物:DC-11+QF-1 涂在 Chromosorb W AW-DMCS(147 μm ~175 μm)上,DC-11:QF-1:
 (载体+固定液)=1.5:5:100(m/m)。

A4 色谱柱的制备

参见本标准 4.3.4。

A5 气相色谱操作条件

- a) 温度($^{\circ}\text{C}$):柱室 230,气化室 270,检测器室 270;
 - b) 气体流量(mL/min):载气(H_2)36,空气 500;
 - c) 保留时间(min):氰戊菊酯 α 体 22,氰戊菊酯 β 体 24,内标物 29。
- 氰戊菊酯乳油气相色谱图见图 A1。

前 言

本标准是在 GB 6695—86《20%氰戊菊酯乳油》的基础上,按照行业标准 HG/T 2467.2—1996《农药乳油产品标准编写规范》的格式进行修订的。

本标准修订要点如下:

1. 乳油稳定性指标中稀释倍数由 1 000 倍改为 200 倍,测试方法由 GB 3776.3—83 改为 GB/T 1603—89。
2. 增加低温稳定性指标,测定等同采用 WHO 方法,并规定为抽检项目,每六个月抽检一次。
3. 增加热贮稳定性指标,其热贮分解率 $\leq 5\%$,测定等同采用 FAO 方法,并规定为抽检项目,每六个月抽检一次。
4. 在有效成分含量测定方法中,定量方法由峰高法改为峰面积法,将载气改用 N_2 的气相色谱测定方法放入标准的正文中,而载气为 H_2 的气相色谱测定方法作为标准的附录。
5. 在第五章,补充了有关“安全”和“保证期”的内容。

本标准自实施之日起,代替 GB 6695—86。

本标准的附录 A 是标准的附录。

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由化学工业部沈阳化工研究院归口。

本标准由上海中西药业股份有限公司负责起草,开封市农药化工研究所(河南田老大公司)参加起草。

本标准主要起草人:陶红英、朱振明、吴 榕、张 虹、赵兰珍、刘继岗。

本标准于 1986 年 8 月首次发布。

b) 试样溶液的配制

称取氰戊菊酯乳油样品约 0.65 g(准确至 0.000 2 g),邻苯二甲酸二癸酯 0.10 g(准确至 0.000 2)至 10 mL 具塞容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。用移液管吸取 5 mL 此溶液至另一 10 mL 具塞容量瓶中,用丙酮稀释至刻度,摇匀。

c) 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,待相邻两针的相对响应值变化小于 1.0%,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。

4.3.7 计算

根据两针标准溶液所得的色谱图,分别测量氰戊菊酯和内标物的峰面积,按式(1)计算氰戊菊酯的定量校正因子(f),并求其平均值 \bar{f} 。

$$f = \frac{m_1 \times p}{m_2} \times \left(\frac{A_3}{A_1 + A_2} \right) \dots\dots\dots (1)$$

式中: m_1, m_2 ——分别为标样溶液中氰戊菊酯和内标物的质量, g;

p ——标样中氰戊菊酯的质量分数, %;

A_1, A_2, A_3 ——分别为标样溶液中氰戊菊酯 α 体, β 体和内标物的色谱峰面积。

根据两针试样溶液所得的色谱图,分别测量氰戊菊酯和内标物的峰面积,按式(2)计算氰戊菊酯的百分含量(X_1),按式(3)计算 α/β 比值。并分别取其平均值。

$$\bar{X}_1 = \bar{f} \times \frac{m_4}{m_3} \times \left(\frac{A_4 + A_5}{A_6} \right) \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

$$\alpha/\beta = \frac{A_4}{A_5} \dots\dots\dots (3)$$

式中: \bar{f} ——氰戊菊酯的平均定量校正因子;

m_3, m_4 ——分别为试样溶液中试样和内标物的质量, g;

A_4, A_5, A_6 ——分别为试样溶液中氰戊菊酯 α 体, β 体和内标物的色谱峰面积。

4.3.8 允许差

两次测量结果之差,应不大于 0.5%。

4.4 水分的测定

按 GB/T 1600—79(89)中的卡尔·费休法进行,允许使用精度相当的微量水分测定仪测定。

4.5 酸度的测定

4.5.1 试剂和溶液

a) 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH}) = 0.05 \text{ mol/L}$,按 GB/T 601 中规定方法配制;

b) 95%乙醇;

c) 指示液: 2 mL 2 g/L 甲基红乙醇溶液和 10 mL 2 g/L 溴甲酚绿乙醇溶液的混合液。

4.5.2 测定步骤

称取 2 g 试样(精确至 0.002 g),置于一个 250 mL 锥形瓶中,加入 95%乙醇 100 mL,振摇使试样混匀,滴加 5 滴指示液,用 0.05 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液滴定至由橙黄色变为蓝绿色为终点。同时做空白测定。

以质量百分数表示的试样的酸度 X_2 ,按式(4)计算:

$$X_2 = \frac{c(V_1 - V_0) \times 0.049}{m} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中: c ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度, 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, mL;

V_0 ——滴定空白溶液消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

中华人民共和国国家标准

GB 6695—1998

20% 氰戊菊酯乳油

代替 GB 6695—86

20% Fenvalerate emulsifiable concentrates

氰戊菊酯的其他名称、结构式和基本物化参数如下:

ISO 通用名称: fenvalerate

商品名称: 杀灭菊酯

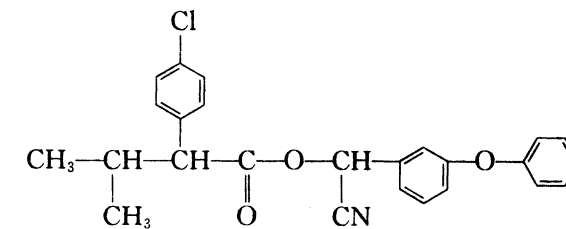
CIPAC 数字代号: 334

化学名称: R, S- α -氰基-3-苯氧苄基-R, S-2-(4-氯苯基)-3-甲基丁酯。

其中: R- α -氰基-3-苯氧苄基-S-2-(4-氯苯基)-3-甲基丁酯和 S- α -氰基-3-苯氧苄基-R-2-(4-氯苯基)-3-甲基丁酯为氰戊菊酯 α 体;

R- α -氰基-3-苯氧苄基-R-2-(4-氯苯基)-3-甲基丁酯和 S- α -氰基-3-苯氧苄基-S-2-(4-氯苯基)-3-甲基丁酯为氰戊菊酯 β 体。

结构式:



实验式: $\text{C}_{25}\text{H}_{22}\text{ClNO}_3$

相对分子质量: 419.91(按 1993 年国际相对原子质量计)

生物活性: 杀虫

蒸气压(25°C): $3.7 \times 10^{-5} \text{ Pa}$

溶解度(g/L, 20°C): 在水中小于 1.0×10^{-3} ; 己烷中小于 77; 丙酮、环己酮、乙醇、二甲苯、氯仿中大于 4.5×10^2 。

稳定性: 在碱性介质中易分解, 在微酸性介质中稳定。

1 范围

本标准规定了 20% 氰戊菊酯乳油的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由符合标准的氰戊菊酯原药与乳化剂溶解在适宜的溶剂中配制成的 20% 氰戊菊酯乳油。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 601—88 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

国家质量技术监督局 1998-10-19 批准

1999-04-01 实施