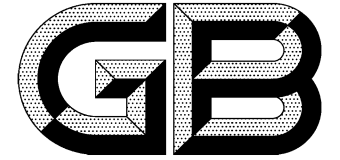


ICS 65.100.30  
G 25



# 中华人民共和国国家标准

GB 24755—2009

GB 24755—2009

## 甲基硫菌灵原药

Thiophanate-methyl technical

中华人民共和国  
国家标准  
甲基硫菌灵原药  
GB 24755—2009

\*

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 0.75 字数 14 千字

2010年1月第一版 2010年1月第一次印刷

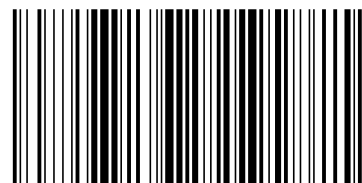
\*

书号:155066·1-39740 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 24755—2009

2009-11-30 发布

2010-07-01 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

溶液必须使用前制备。)

4.4.5.2 试样溶液的制备

准确称取 10.0 g(精确至 0.000 2 g)试样于 100 mL 棕色容量瓶中,用移液管加入 50 mL 流动相溶液,在超声波下振荡 20 min,摇匀,放至室温。再以 3 000 r/min 离心 5 min,取上清液过滤。

4.4.5.3 测定

在上述操作条件下,待仪器稳定后,连续注入数针 DAP、HAP 标样溶液,直至相邻两针 HAP、DAP 峰面积相对变化均小于 20%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。

4.4.6 计算

试样中 HAP(DAP)的质量分数  $w_2$  (mg/kg),按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot w}{A_1 \cdot m_2 \times 500} \times 10^4 \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$A_1$ ——标样溶液中,HAP(DAP)峰面积的平均值;

$A_2$ ——试样溶液中,HAP(DAP)峰面积的平均值;

$m_1$ ——HAP(DAP)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 HAP(DAP)的质量分数,以%表示;

500——标样稀释倍数。

4.4.7 允许差

两次平行测定结果的相对偏差应不大于 30%,取其算术平均值作为测定结果。

4.5 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.6 干燥减量的测定

4.6.1 仪器

烘箱:105 °C ± 2 °C;

称量瓶:内径 70 mm,高 40 mm;

干燥器。

4.6.2 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)。

4.6.3 计算

试样中干燥减量的质量分数  $w_3$  (%),按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \dots\dots\dots(3)$$

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,单位为克(g)。

4.6.4 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。

4.7 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。

前 言

本标准的第 3 章、第 5 章为强制性的,其余为推荐性的。

本标准使用重新起草法修改采用 FAO 规格 262/TC/S/F(1993)《甲基硫菌灵原药》。

本标准与 FAO 规格 262/TC/S/F(1993)的主要技术差异如下:

——本标准规定 DAP(2,3-二氨基吩嗪)质量分数不大于 5.0 mg/kg,FAO 规格规定 DAP(2,3-二氨基吩嗪)质量分数不大于 0.5 mg/kg;

——本标准规定 pH 值范围指标,FAO 规格相应规定的是酸度指标;

——本标准规定干燥减量指标,FAO 规格未控制该项指标。

本标准自实施之日起,原化工行业标准 HG 2462.1—1993《甲基硫菌灵原药》作废。

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(SAC/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:江苏蓝丰生物化工股份有限公司、海利贵溪化工农药有限公司、江苏龙灯化学有限公司。

本标准主要起草人:梅宝贵、邢红、谢印刚、黄新华、冯秀珍、马林。

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。

#### 4.3.6 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甲基硫菌灵峰面积分别进行平均。试样中甲基硫菌灵的质量分数  $w_1$  (%),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,甲基硫菌灵峰面积的平均值;

$A_2$ ——试样溶液中,甲基硫菌灵峰面积的平均值;

$m_1$ ——标样的质量,单位为克(g);

$m_2$ ——试样的质量,单位为克(g);

$w$ ——标样中甲基硫菌灵的质量分数,以%表示。

#### 4.3.7 允许差

甲基硫菌灵质量分数的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 HAP 和 DAP 质量分数的测定

#### 4.4.1 方法提要

试样用流动相溶解,以 pH 8.0 的磷酸二氢钾缓冲溶液+甲醇+水为流动相,使用以 Hypersil ODS 为填料的不锈钢柱和紫外-可见检测器(453 nm),对试样中的 HAP 和 DAP 进行反相高效液相色谱分离,外标法定量。(HAP、DAP 的检出限为  $2 \times 10^{-9}$  g,相当于 0.2 mg/kg)。

#### 4.4.2 试剂和溶液

甲醇:色谱级;

磷酸二氢钾;

水:新蒸二次蒸馏水;

氢氧化钠溶液: $\rho(\text{NaOH}) = 40$  g/L;

缓冲溶液:称取 6.8 g 磷酸二氢钾于装有 1 000 mL 二次蒸馏水的试剂瓶中,超声振荡使其完全溶解,用氢氧化钠溶液调 pH 至 8.0;

HAP 标样:已知 HAP 质量分数, $w \geq 97.0\%$ ;

DAP 标样:已知 DAP 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;

色谱柱:200 mm×4.6 mm(i. d.)不锈钢柱,内装 Hypersil-ODS、5  $\mu\text{m}$  填充物;

过滤器:滤膜孔径约 0.45  $\mu\text{m}$ ;

微量进样器:250  $\mu\text{L}$ ;

定量进样管:50  $\mu\text{L}$ ;

超声波清洗器;

离心机。

#### 4.4.4 高效液相色谱操作条件

流动相: $\Psi$ (甲醇:水:缓冲溶液)=45:25:30;

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:453 nm;

进样体积:50  $\mu\text{L}$ ;

## 甲基硫菌灵原药

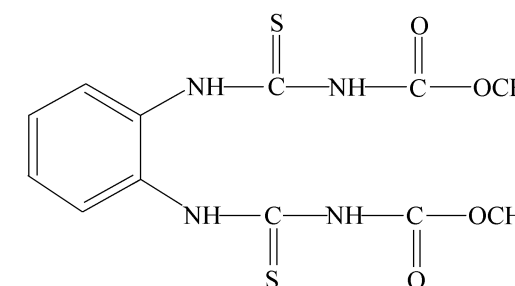
该产品有效成分甲基硫菌灵的其他名称、结构式和基本物化参数如下:

ISO 通用名称:Thiophanate-methyl

CIPAC 数字代码:262

化学名称:4,4'-(1,2-亚苯基)双(3-硫代脲基甲酸甲酯)

结构式:



实验式: $\text{C}_{12}\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}_4\text{S}_2$

相对分子质量:342.40(按 2005 国际相对原子质量计)

生物活性:杀菌剂

沸点:172  $^{\circ}\text{C}$ (分解)

蒸汽压(25  $^{\circ}\text{C}$ ):0.009 5 mPa

溶解性(23  $^{\circ}\text{C}$ ):水 26.6 mg/L,丙酮 58 g/kg,三氯甲烷 26 g/kg,环己酮 43 g/kg,甲醇 29 g/kg,乙腈 24 g/kg,乙酸乙酯 11.9 g/kg;微溶于正己烷

稳定性:在室温、中性水溶液中稳定;对空气和阳光稳定;在室温、弱酸性溶液中非常稳定;可与铜盐形成络合物,在植物组织及悬浮液中长期贮存时可形成多菌灵

### 1 范围

本标准规定了甲基硫菌灵原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由甲基硫菌灵及其生产中产生的杂质组成的甲基硫菌灵原药。

### 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

### 3 要求

#### 3.1 外观

白色至灰色粉末。