

ICS 65.100.10
G 25



中华人民共和国国家标准

GB 19604—2004

GB 19604—2004

毒 死 蜱 原 药

Chlorpyrifos technical

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
毒 死 蜱 原 药
GB 19604—2004

*

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.bzcb.com

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 15 千字

2005年2月第一版 2005年2月第一次印刷

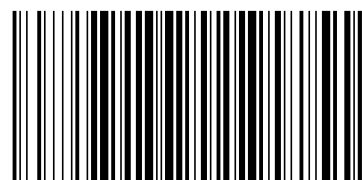
*

书号: 155066·1-22279 定价 10.00 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 19604—2004

2004-12-06 发布

2005-10-01 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

混合指示液:溴甲酚绿乙醇溶液(1 g/L)+甲基红乙醇溶液(2 g/L)=3+1,按 GB/T 603 配制。

4.4.2 测定步骤

称取试样 1 g(精确至 0.002 g),置于一个 250 mL 锥形瓶中,加入丙酮 100 mL,摇动使试样溶解。加入 3 滴混合指示液,用 0.02 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液滴定至绿色即为终点。同时做空白测定。

4.4.3 计算

试样的酸度 w_3 (%),按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{c(V_1 - V_0)M}{1\ 000\ m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

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,消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试样质量,单位为克(g);

M ——硫酸的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4)=49.04$]。

4.5 水分的测定

按 GB/T 1600 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。

4.6 丙酮不溶物测定

4.6.1 试剂和仪器

丙酮;

锥形烧瓶:250 mL,带配套的冷凝器;

玻璃砂芯坩埚:G3;

烘箱:105℃±2℃;

吸滤瓶:500 mL。

4.6.2 测定方法

称取试样 10 g(精确至 0.01 g),放入锥形烧瓶中,加入 150 mL 丙酮,在热水浴中加热回流 5 min,立刻通过已恒量(精确至 0.000 2 g)的坩埚过滤,再用 60 mL 丙酮,分三次洗涤锥形瓶和漏斗,并抽滤,将坩埚置于烘箱中干燥 30 min,取出放于干燥器中冷却,称量(精确至 0.000 2 g)。

试样中丙酮不溶物的质量分数 w_4 (%),按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

m_1 ——干燥后坩埚与丙酮不溶物的总质量,单位为克(g);

m_0 ——恒重后坩埚的质量,单位为克(g);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

4.7 产品的检验与验收

应符合 GB/T 1604 的规定。极限数值处理采用修约值比较法。

5 标志、标签、包装和贮运

5.1 毒死蜱原药的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定。

5.2 毒死蜱原药可用清洁、干燥、内衬塑料袋的钢桶或纸板桶包装,每桶净含量为 25 kg。也可根据用户要求或订货协议,采用其他形式的包装,但需符合 GB 3796 的规定。

5.3 毒死蜱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。

前 言

本标准的第 3 章和第 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:沈阳化工研究院。

本标准参加起草单位:浙江新安化工股份有限公司、山东华阳科技股份有限公司、大连凯飞化学股份有限公司。

本标准主要起草人:张丕龙、武铁军、陈根良、薛维家、闫新华、王延波、朱凤霞。

4.3.1.6 计算

试样中毒死蜍的质量分数 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,毒死蜍峰面积的平均值;

A_2 ——试样溶液中,毒死蜍峰面积的平均值;

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 ——标样中毒死蜍的质量分数, %。

4.3.1.7 允许差

两次平行测定结果之差,应不大于 1.5%,取其算术平均值作为测定结果。

4.3.2 毒死蜍质量分数的气相色谱测定

4.3.2.1 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物,在 5% OV-101 柱上进行色谱分离,用氢火焰离子化检测器测定,内标法定量。

4.3.2.2 试剂和溶液

三氯甲烷;

固定液:OV-101;

载体:Chromosorb WAW DMCS(180 μm ~250 μm)(或具有相同性能的其他载体);

毒死蜍标样:已知毒死蜍质量分数 $\geq 99.0\%$ 。

内标物:邻苯二甲酸二正戊酯(没有干扰色谱分析的杂质);

内标溶液:准确称取 8.3 g 邻苯二甲酸二正戊酯,置于 1 000 mL 容量瓶中,用三氯甲烷溶解并稀释至刻度,摇匀。

4.3.2.3 仪器

气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器;

色谱数据处理机;

色谱柱:1 m \times 3.2 mm(内径)硼硅玻璃柱(或不锈钢柱);

微量进样器:10 μL 。

柱填充物:OV-101 涂渍在 Chromosorb WAW DMCS(180 μm ~250 μm)上,固定液:(固定液+载体)=5:100。

4.3.2.4 气相色谱操作条件

温度($^{\circ}\text{C}$):柱箱 180;气化室 250;检测器 250;

气体流量(mL/min):载气(N_2)30,氢气 30,空气 300;

进样量(μL):0.2;

保留时间(min):毒死蜍约 5.1,邻苯二甲酸二正戊酯约 9.7。

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。典型的毒死蜍原药气相色谱图见图 3。

毒 死 蜍 原 药

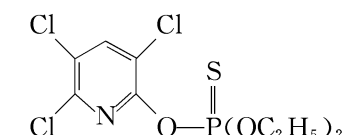
该产品有效成分毒死蜍的其他名称、结构式和基本物化参数如下:

ISO 通用名称:chlorpyrifos

CIPAC 数字代号:221. b

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: $\text{C}_9\text{H}_{11}\text{Cl}_3\text{NO}_3\text{PS}$

相对分子质量:350.6(按 2001 国际相对原子质量计)

生物活性:杀虫

熔点: 42°C ~ 43.5°C

蒸气压(25°C):2.7 mPa

溶解度(25°C ,g/kg):水 1.4×10^{-3} ,苯 7900,丙酮 6500,三氯甲烷 6300,二硫化碳 5900,乙醚 5100,二甲苯 5000,辛醇 790,甲醇 450,易溶于大多数其他有机溶剂。

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°C)至 100 d(磷酸缓冲溶液 pH 为 7, 15°C)。

1 范围

本标准规定了毒死蜍原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由毒死蜍及其生产中产生的杂质组成的毒死蜍原药。

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 1600 农药水分测定方法

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:灰棕色至白色晶体。