



中华人民共和国国家标准

GB/T 8200—2019
代替 GB/T 8200—2001

杀虫双可溶液剂

Bisultap soluble concentrate

2019-12-31 发布

2020-07-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 8200—2001《杀虫双水剂》。本标准与 GB/T 8200—2001 相比,主要技术变化如下:

- 名称变更为“杀虫双可溶液剂”;
- 增加了项目指标规格 36%(见 3.2);
- 删除了测定杀虫双质量分数的非水滴定法(见 2001 年版的 4.3.2);
- 修改了 pH 范围(见 3.2,2001 年版的 3.2);
- 修改了硫代硫酸钠质量分数(见 3.2,2001 年版的 3.2);
- 增加了持久起泡性控制项目(见 3.2);
- 增加了稀释稳定性控制项目(见 3.2);
- 增加了持久起泡性的测定方法(见 4.9);
- 增加了稀释稳定性的测定方法(见 4.10)。

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。

本标准起草单位:广西田园生化股份有限公司、江苏天容集团股份有限公司、安徽华星化工有限公司、浙江博仕达作物科技有限公司、沈阳化工研究院有限公司。

本标准主要起草人:王博、张雪冰、胡全保、虞国新、庆光平、周婷、丁培芳、苟娟娟、卢瑞。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB 8200—1987、GB/T 8200—2001。

杀虫双可溶液剂

1 范围

本标准规定了杀虫双可溶液剂的要求、试验方法、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运。
本标准适用于由杀虫双母药加工而成的杀虫双可溶液剂。

注：杀虫双的其他名称、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 601—2016 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603—2002 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

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 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 14825—2006 农药悬浮率测定方法

GB/T 19136—2003 农药热贮稳定性测定方法

GB/T 19137—2003 农药低温稳定性测定方法

GB/T 28137 农药持久起泡性测定方法

3 要求

3.1 外观

均相液体，无可见的悬浮物和沉淀。

3.2 技术指标

杀虫双可溶液剂还应符合表 1 要求。

表 1 杀虫双可溶液剂控制项目指标

项 目	指 标		
	18%	29%	36%
杀虫双质量分数/%	18.0 ^{+1.0} _{-1.0}	29.0 ^{+1.4} _{-1.4}	36.0 ^{+1.8} _{-1.8}
氯化钠质量分数/% ≤	12.0	9.0	
硫代硫酸钠质量分数/% ≤	3.0		
氯化物盐酸盐质量分数 ^a /% ≤	0.50		
pH 范围	5.0~7.5		
持久起泡性(1 min 后泡沫量)/mL ≤	60		
稀释稳定性(20 倍)	合格		
低温稳定性 ^a	合格		
热储稳定性 ^a	合格		
^a 正常生产时,氯化物盐酸盐质量分数、低温稳定性和热储稳定性试验每 3 个月至少测定一次。			

4 试验方法

警示——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 中规定的三级水。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 进行。

4.2 抽样

按 GB/T 1605—2001 中 5.3.2 进行。用随机数表法确定抽样的包装件,最终抽样量应不少于 200 mL。

4.3 鉴别试验

高效液相色谱法——本鉴别试验可与杀虫双质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中某个色谱峰的保留时间与标样溶液中杀虫单色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内(流动相 pH=2.5,此时杀虫双以杀虫单的形式存在)。

4.4 杀虫双质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样用水溶解,以四丁基溴化铵+乙腈+水为流动相,使用以 C₁₈ 为填料的不锈钢柱和紫外检测器(242 nm),对试样中的杀虫双进行高效液相色谱分离,外标法定量。

4.4.2 试剂和溶液

4.4.2.1 四丁基溴化铵。

4.4.2.2 磷酸。

4.4.2.3 乙腈:色谱级。

4.4.2.4 水:新蒸二次蒸馏水或超纯水。

4.4.2.5 杀虫单标样:已知杀虫单质量分数, $w \geq 98.0\%$ 。

4.4.2.6 流动相:称取 2.74 g 的四丁基溴化铵,溶于 850 mL 水中,加入 150 mL 乙腈,滴加磷酸使 pH=2.5,混合均匀后,用 0.45 μm 滤膜过滤,超声 10 min。

4.4.3 仪器

4.4.3.1 高效液相色谱仪:具有可变波长紫外检测器。

4.4.3.2 色谱柱:250 mm $\times$ 4.6 mm(i.d.)不锈钢柱,内装 C_{18} 、5 μm 填充物(或具等同效果的色谱柱)。

4.4.3.3 过滤器:滤膜孔径约 0.45 μm 。

4.4.3.4 定量进样管:10 μL 。

4.4.3.5 超声波清洗器。

4.4.4 高效液相色谱操作条件

流速:1.5 mL/min。

柱温:室温(温度变化应不大于 2 $^{\circ}\text{C}$)。

检测波长:242 nm。

进样体积:10 μL 。

保留时间:杀虫双约 4.5 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。典型的杀虫双可溶液剂高效液相色谱图见图 1。

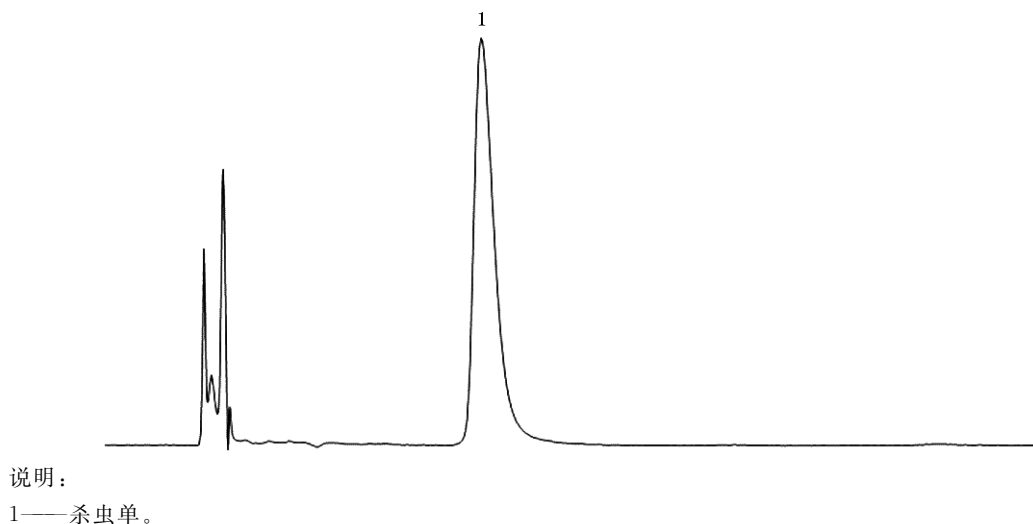


图 1 杀虫双可溶液剂的高效液相色谱图

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的制备

称取 0.1 g 杀虫单标样(精确至 0.000 1 g),置于 50 mL 容量瓶中,用水溶解并稀释至刻度,摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的制备

称取含杀虫双 0.1 g 的试样(精确至 0.000 1 g),置于 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.4.5.3 测定

在上述操作条件下,待仪器稳定后,连续注入数针标样溶液,直至相邻两针杀虫双(杀虫单)峰面积相对变化小于 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。

4.4.6 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杀虫单峰面积分别进行平均,试样中杀虫双的质量分数按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times w}{A_1 \times m_2} \times \frac{M_1}{M_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

w_1 ——杀虫双的质量分数,%;

A_2 ——试样溶液中,杀虫单峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量,单位为克(g);

w ——标样中杀虫单的质量分数,%;

A_1 ——标样溶液中,杀虫单峰面积的平均值;

m_2 ——试样的质量,单位为克(g);

M_1 ——杀虫双的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)($M_1 = 355.39$);

M_2 ——杀虫单的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)($M_2 = 351.42$)。

4.4.7 允许差

杀虫双质量分数两次平行测定结果之差,18%可溶液剂应不大于 0.5%,29%可溶液剂和 36%可溶液剂应不大于 0.8%,取其算术平均值作为测定结果。

4.5 氯化钠质量分数的测定

4.5.1 方法提要 and 原理

试样用水溶解后,用硝酸溶液和过氧化氢将试样中的硫代硫酸根和杀虫双等干扰物质破坏掉后,以硫酸铁铵作指示剂,用银量法测定氯化钠质量分数。

4.5.2 试剂和溶液

4.5.2.1 苯甲醇。

4.5.2.2 硝酸银标准溶液: $c(\text{AgNO}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$,按 GB/T 601—2016 中 4.21 进行配制和标定。

4.5.2.3 硫氰酸钠标准滴定溶液: $c(\text{NaSCN}) = 0.1 \text{ mol/L}$,按 GB/T 601—2016 中 4.20 进行配制和标定。

4.5.2.4 浓硝酸。

4.5.2.5 硝酸溶液: $\rho(\text{浓硝酸}:\text{水}) = 1:1$ 。

4.5.2.6 过氧化氢溶液: $w(\text{H}_2\text{O}_2) = 30\%$ 。

4.5.2.7 水:新蒸二次蒸馏水或超纯水。

4.5.2.8 硫酸铁铵指示剂:饱和硫酸铁铵溶液。

4.5.3 测定步骤

称取试样 1.0 g(精确至 0.000 1 g),置于 250 mL 三角瓶中,加入硝酸溶液 40 mL、过氧化氢溶液 10 mL 和水 80 mL,加热煮沸 10 min,冷却至室温。用滴定管准确加入硝酸银标准溶液 15 mL,摇匀。加入苯甲醇 5 mL~8 mL,剧烈振摇 2 min,加入 1 mL 硫酸铁铵指示剂,在摇动下用硫氰酸钠标准滴定溶液滴定至溶液呈浅棕红色,保持 30 s 不变为终点。

4.5.4 计算

试样中的氯化钠的质量分数按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(c_1 \times V_1 - c_2 \times V_2) \times M}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- w_2 ——氯化钠的质量分数,%;
- c_1 ——硝酸银标准溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_1 ——加入硝酸银标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- c_2 ——硫氰酸钠标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_2 ——消耗硫氰酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- M ——氯化钠的毫摩尔质量,单位为克每毫摩尔(g/mmol)($M=0.058\ 45$);
- m ——试样的质量,单位为克(g)。

4.5.5 允许差

两次平行测定结果之相对偏差应不大于 10%,取其算术平均值作为测定结果。

4.6 硫代硫酸钠质量分数的测定

4.6.1 方法提要

试样加入水和冰乙酸,以淀粉作为指示剂,用碘标准溶液滴定测定样品中硫代硫酸钠的质量分数。

4.6.2 试剂和溶液

- 4.6.2.1 碘。
- 4.6.2.2 碘标准滴定溶液: $c\left(\frac{1}{2}I_2\right)=0.1\text{ mol/L}$,按 GB/T 601—2016 中 4.9 进行配制和标定。
- 4.6.2.3 冰乙酸。
- 4.6.2.4 水:新蒸二次蒸馏水或超纯水。
- 4.6.2.5 冰乙酸水溶液: $\varphi(CH_3COOH)=36\%$ 。
- 4.6.2.6 淀粉指示剂: $\rho(\text{淀粉})=5\text{ g/L}$,按 GB/T 603—2002 中 4.1.4.20 配制。

4.6.3 测定步骤

称取试样 2 g(精确至 0.000 1 g),置于 250 mL 三角瓶中,加入 100 mL 水和 2 mL 冰乙酸水溶液,用 0.1 mol/L 的碘标准滴定溶液滴定至近终点时,加入淀粉指示剂 3 mL,继续滴定至溶液呈蓝色,保持 30 s 不变为终点。

4.6.4 计算

试样中的硫代硫酸钠的质量分数按式(3)计算:

$$\omega_3 = \frac{c\left(\frac{1}{2}I_2\right) \times V \times M}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

ω_3 ——硫代硫酸钠的质量分数, %;

$c\left(\frac{1}{2}I_2\right)$ ——碘标准溶液的实际浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);

V ——消耗碘标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);

M ——硫代硫酸钠的毫摩尔质量, 单位为克每毫摩尔(g/mmol) ($M=0.1583$);

m ——试样的质量, 单位为克(g)。

4.6.5 允许差

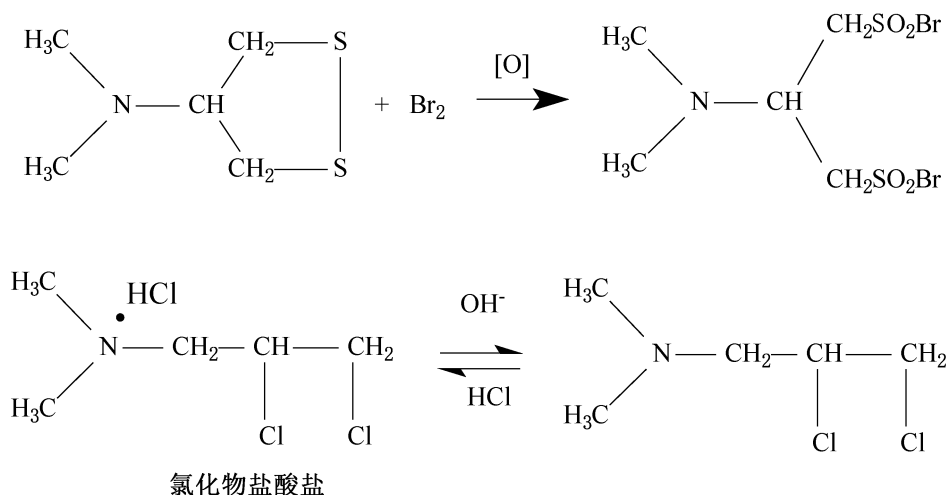
两次平行测定结果之相对偏差应不大于 10%, 取其算术平均值作为测定结果。

4.7 氯化物盐酸盐质量分数的测定

4.7.1 方法提要 and 原理

试样加碱中和, 用三氯甲烷萃取, 萃取液在碱性介质中, 沙蚕毒与溴水反应生成亲水磺酰溴化物, 从而除掉对测定有干扰的沙蚕毒。氯化物盐酸盐与碱反应生成易溶于有机溶剂的游离胺氯化物, 在非水介质中, 用非水盐酸标准滴定溶液滴定, 即可测得样品中氯化物盐酸盐的含量。

化学反应方程式如下:



4.7.2 试剂和溶液

4.7.2.1 无水碳酸钠: 基准试剂。

4.7.2.2 异丙醇。

4.7.2.3 乙二醇。

4.7.2.4 三氯甲烷。

4.7.2.5 冰乙酸。

4.7.2.6 浓盐酸。

4.7.2.7 氢氧化钠溶液: $c(\text{NaOH}) = 2 \text{ mol/L}$ 。

4.7.2.8 饱和氢氧化钠溶液。

4.7.2.9 异丙醇-乙二醇混合溶剂: $\phi(\text{异丙醇} : \text{乙二醇}) = 1 : 1$ 。

4.7.2.10 溴水： ϕ (饱和溴水：水)=17：83。

4.7.2.11 百里香酚蓝： $\rho=2\text{ g/L}$ 溶液。

4.7.2.12 盐酸溶液： $c(\text{HCl})=2\text{ mol/L}$ 。

4.7.2.13 非水盐酸标准滴定溶液： $c(\text{HCl})=0.1\text{ mol/L}$ 。

4.7.3 仪器和器具

酸式微量滴定管：5 mL。

4.7.4 非水盐酸标准滴定溶液[$c(\text{HCl})=0.1\text{ mol/L}$]的配制和标定

4.7.4.1 非水盐酸标准滴定溶液的配制

量取 9.0 mL 浓盐酸，注入 1 000 mL 异丙醇-乙二醇混合溶剂中，充分摇匀，放置 24 h。

4.7.4.2 非水盐酸标准滴定溶液的标定

称取 0.1 g(精确至 0.000 1 g)无水碳酸钠(经 270 °C~300 °C 烘干至恒重)，置于 250 mL 三角瓶中，加入 4 mL~5 mL 冰乙酸，在电炉上缓慢加热溶解并蒸发至干，加入 35 mL 异丙醇-乙二醇混合溶剂溶解残渣，加入 50 mL 萃取溶剂和 3 滴百里香酚蓝溶液，用非水盐酸标准滴定溶液滴定至溶液呈红色。在相同条件下做空白试验。

非水盐酸标准滴定溶液的浓度按式(4)计算：

$$c(\text{HCl}) = \frac{m}{(V_1 - V_0) \times M} \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中：

$c(\text{HCl})$ ——非水盐酸标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

m ——无水碳酸钠的称样质量，单位为克(g)；

V_1 ——消耗非水盐酸标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V_0 ——空白试验消耗盐酸标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

M ——无水碳酸钠($\frac{1}{2}\text{Na}_2\text{CO}_3$)的毫摩尔质量，单位为克每毫摩尔(g/mmol)($M=0.052\ 99$)。

4.7.5 测定步骤

称取试样 10 g(精确至 0.01 g)，置于 125 mL 分液漏斗中，加 5 滴百里香酚蓝溶液，用 2 mol/L 氢氧化钠溶液中和至溶液呈绿色，用 40 mL 三氯甲烷分 2 次萃取，每次萃取 5 min，静置分层后，三氯甲烷层放入另一分液漏斗中，加 3 滴百里香酚蓝指示剂，用 2 mol/L 盐酸溶液滴定至溶液呈红色，再补加 5 滴(约 0.2 mL)，在振摇下滴加溴水至水溶液出现黄色，放置 1 min，用 2 mol/L 氢氧化钠溶液中和至水溶液呈蓝色，振摇 10 min，静置分层后，三氯甲烷层放入盛有 50 mL 饱和氢氧化钠溶液的分液漏斗中，振摇 1 min，静置分层。三氯甲烷层放入 250 mL 三角瓶中，加入 30 mL 异丙醇-乙二醇混合溶剂和 5 滴百里香酚蓝指示剂，用 0.1 mol/L 的非水盐酸标准滴定溶液滴定至溶液呈红色。

4.7.6 计算

试样中氯化物盐酸盐的质量分数按式(5)计算：

$$w_4 = \frac{c(\text{HCl}) \times V \times M}{m \times [1 + 0.000\ 9 \times (t_1 - t_0)]} \times 100 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

w_4 ——氯化物盐酸盐的质量分数, %;

$c(\text{HCl})$ ——非水盐酸标准滴定溶液的实际浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);

V ——消耗非水盐酸标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);

M ——氯化物盐酸盐的毫摩尔质量, 单位为克每毫摩尔(g/mmol) ($M=0.192\ 5$);

m ——试样质量, 单位为克(g);

t_1 ——测定样品时的温度, 单位为摄氏度($^{\circ}\text{C}$);

t_0 ——标定非水盐酸标准滴定溶液时的温度, 单位为摄氏度($^{\circ}\text{C}$);

0.000 9 ——异丙醇-乙二醇混合溶剂的热膨胀系数。

4.7.7 允许差

两次平行测定结果之相对偏差应不大于 10%, 取其算术平均值作为测定结果。

4.8 pH 值的测定

试样不经稀释, 按 GB/T 1601 进行。

4.9 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 进行。

4.10 稀释稳定性的测定

4.10.1 试剂和仪器

4.10.1.1 标准硬水: $\rho(\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}) = 342\ \text{mg/L}$, $\text{pH} = 6.0 \sim 7.0$, 按 GB/T 14825—2006 中 4.1.2 配制。

4.10.1.2 量筒: 100 mL。

4.10.1.3 恒温水浴: $30\ ^{\circ}\text{C} \pm 2\ ^{\circ}\text{C}$ 。

4.10.2 测定步骤

用移液管吸取 5 mL 试样, 置于 100 mL 量筒中, 用标准硬水稀释至刻度, 混匀, 将此量筒放入恒温水浴中, 静置 1 h, 稀释液均一, 无析出物为合格。

4.11 低温稳定性试验

按 GB/T 19137—2003 中 2.1 进行。低温储存后, 离析物的体积应不超过 0.5 mL 为合格。

4.12 热储稳定性试验

按 GB/T 19136—2003 中 2.1 进行。热储后, 杀虫双质量分数应不低于储前的 95%, pH 值、稀释稳定性仍应符合标准要求。

5 验收和质量保证期

5.1 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

5.2 质量保证期

在规定的储运条件下,杀虫双可溶液剂的质量保证期从生产日期算起为 2 年。质量保证期内,各项指标均应符合标准要求。

6 标志、标签、包装、储运

6.1 标志、标签、包装

杀虫双可溶液剂的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定;杀虫双可溶液剂应用玻璃瓶或塑料聚酯瓶包装,每箱净含量应不大于 20 kg。也可根据用户要求或订货协议采用其他形式的包装,但应符合 GB 3796 的规定。

6.2 储运

杀虫双可溶液剂包装件应储存在通风、干燥的库房中;储运时,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。

附 录 A
(资料性附录)

杀虫双的其他名称、结构式和基本物化参数

本产品有效成分杀虫双的其他名称、结构式和基本物化参数如下:

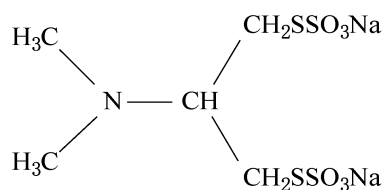
ISO 通用名称:Bisultap

CAS 登录号:[52207-48-4]

CIPAC 数字代码:472

化学名称:1,3-双(磺基丙基)-2-二甲氨基丙烷

结构式:



实验式:C₅H₁₁NO₆S₄Na₂

相对分子质量:355.39

生物活性:杀虫

蒸气压(20 °C):大于 13.33 mPa

相对密度(20 °C):1.30~1.35

溶解度:易溶于水,能溶于热乙醇、甲醇、二甲基甲酰胺、二甲基亚砷等有机溶剂,微溶于丙酮,不溶于乙酸乙酯、乙醚

稳定性:在空气中易吸潮;微酸、微碱下稳定,强酸、强碱下分解