



中华人民共和国国家标准

GB 20687—2006

溴鼠灵母药

Brodifacoum technical concentrate

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

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:农业部农药检定所。

本标准主要起草人:王国联、姜宜飞、黄修柱、单炜力。

本标准为首次发布。

溴鼠灵母药

该产品有效成分溴鼠灵的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

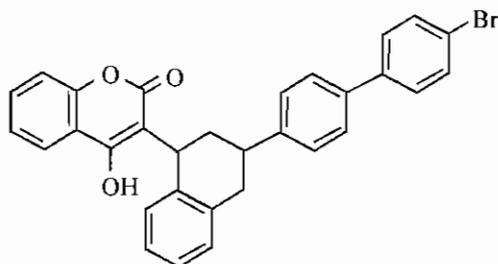
ISO 通用名称：brodifacoum

CA 登记号：56073-10-0

化学名称：3-[3-(4'-溴联苯-4-基)-1,2,3,4-四氢-1-萘基]-4-羟基香豆素。

溴鼠灵组成：溴鼠灵由一对顺、反异构体溴鼠灵 A 和溴鼠灵 B 组成。

结构式：



实验式： $C_{31}H_{23}O_3Br$

相对分子质量(按 2001 年国际相对原子质量计)：523.4。

生物活性：杀鼠。

熔点： $228^{\circ}\text{C} \sim 232^{\circ}\text{C}$ 。

蒸气压(20°C)： $< 0.001 \text{ mPa}$ 。

溶解度(mg/L , 20°C)：水 3.8×10^{-3} (pH 值 5.2)、0.24 (pH 值 7.4)、10 (pH 值 9.3)，丙酮 20，三氯甲烷 3。

稳定性： $< 50^{\circ}\text{C}$ 稳定；在日光直接照射下稳定 30 d。

1 范围

本标准规定了溴鼠灵母药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由符合标准的溴鼠灵原药与必要的助剂溶解在适宜的有机溶剂中加工而成的溴鼠灵液体母药。

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 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：带有警戒色的稳定均相液体，无可见的悬浮物和沉淀物。

3.2 溴鼠灵母药应符合表 1 要求。

表 1 溴鼠灵母药控制项目指标

项 目	指 标
溴鼠灵质量分数/%	\geq 0.50
顺、反异构体的比例 α (A/B)	1.0~4.0
pH 值范围	7.0~11.0

4 试验方法

4.1 抽样

按 GB/T 1605—2001 中“液体制剂采样”方法进行。用随机数表法确定抽样的包装件，最终抽样量不少于 200 g。

4.2 鉴别试验

高效液相色谱法——本鉴别试验可与溴鼠灵含量的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液某两个色谱峰的保留时间与标样溶液中溴鼠灵 A 与溴鼠灵 B 色谱峰的保留时间，其相对差值应在 1.5% 以内。

当用以上方法对有效成分鉴别有疑问时，可采用其他有效方法进行鉴别。

4.3 溴鼠灵质量分数以及 α (A/B) 的测定

4.3.1 方法提要

试样用甲醇和二氯甲烷的混合溶剂溶解，以甲醇和水为流动相，使用以 Eclipse XDB-C₈ (5 μ m) 为填料的不锈钢柱和可变波长紫外检测器，对试样中的溴鼠灵进行反相高效液相色谱分离和测定，外标法定量。

4.3.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯；

磷酸；

二氯甲烷；

混合溶剂：甲醇(V)：二氯甲烷(V)=3：2；

水：新蒸二次蒸馏水；

溴鼠灵标样：已知溴鼠灵质量分数 \geq 99.0%。

4.3.3 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：150 mm \times 4.6 mm (i. d.) 不锈钢柱，内装 Eclipse XDB-C₈、5 μ m 填料；

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μ m；

微量进样器：100 μ L；

定量进样管：10 μ L；

超声波清洗器。

4.3.4 高效液相色谱操作条件

流动相：甲醇(V)：水(V) (用磷酸调至 pH=3)=80：20；

流量：1.0 mL/min；

柱温：室温 (温差变化应不大于 2℃)；

检测波长：254 nm；

进样体积：10 μ L；

保留时间:溴鼠灵 A 约 9.3 min、溴鼠灵 B 约 10.1 min。

上述操作条件,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。典型的溴鼠灵母药高效液相色谱图见图 1。

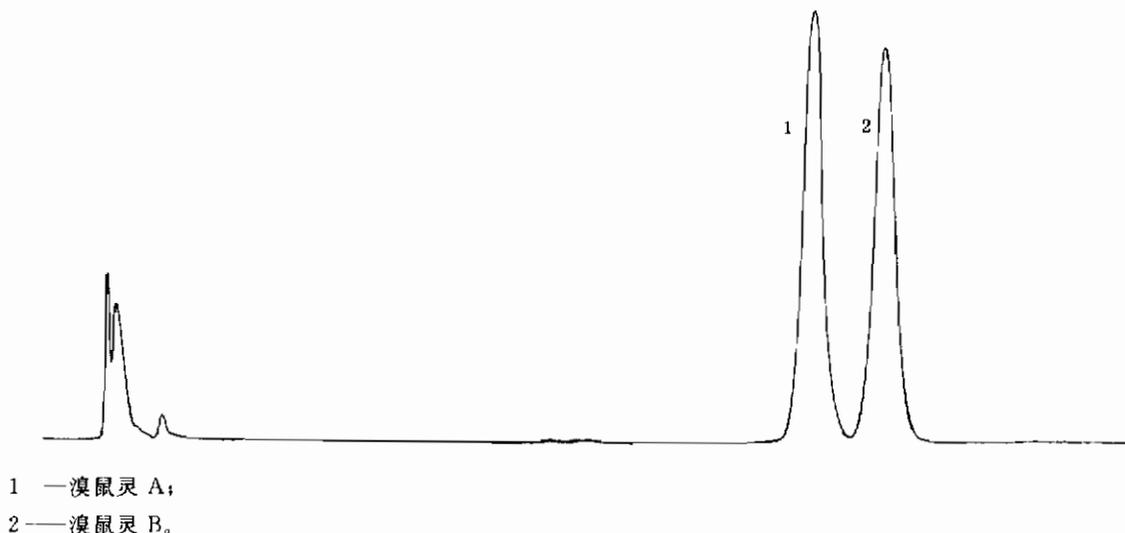


图 1 溴鼠灵母药的高效液相色谱图

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液的制备

称取溴鼠灵标样 0.05 g(精确至 0.000 2 g),置于 100 mL 容量瓶中,用甲醇和二氯甲烷混合溶剂溶解并稀释至刻度,摇匀。

4.3.5.2 试样溶液的制备

称取含溴鼠灵 0.05 g 的试样(精确至 0.000 2 g),置于 100 mL 容量瓶中,用甲醇和二氯甲烷混合溶剂溶解并稀释至刻度,摇匀,过滤。

4.3.5.3 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,直至相邻两针溴鼠灵响应值相对变化小于 1.5%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溴鼠灵峰面积分别进行平均。试样中溴鼠灵的质量分数 w_1 (%),按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{r_2 \times m_1 \times w}{r_1 \times m_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

r_1 ——标样溶液中,溴鼠灵 A 与溴鼠灵 B 峰面积和的平均值;

r_2 ——试样溶液中,溴鼠灵 A 与溴鼠灵 B 峰面积和的平均值;

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 ——标样中溴鼠灵的质量分数, (%)。

试样中溴鼠灵顺、反异构体的比例 $\alpha(A/B)$,按式(2)计算:

$$\alpha(A/B) = \frac{r_A}{r_B} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

r_A ——两针试样溶液中,溴鼠灵 A 峰面积和的平均值;

r_B ——两针试样溶液中,溴鼠灵 B 峰面积和的平均值。

GB/T 20687—2006

4.3.7 允许差

溴鼠灵质量分数两次平行测定结果之差,应不大于 0.05%,取其算术平均值作为测定结果。

4.4 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.5 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。

5 标志、标签、包装、贮运

5.1 溴鼠灵母药的标志、标签、包装,应符合 GB 3796 的规定。

5.2 溴鼠灵母药应用清洁、干燥的塑料瓶包装,每瓶净含量为 0.5 kg。溴鼠灵母药外包装每箱净重不超过 20 kg。也可根据用户要求或订货协议,采用其他形式的包装,但要符合 GB 3796 的规定。

5.3 溴鼠灵母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。

5.5 安全:溴鼠灵属剧毒杀鼠剂。使用本品应戴防护手套,穿干净的防护服,施药后立即用肥皂水洗净,避免皮肤和眼睛接触药液。如果误服(几小时内),可用干净的手指插入喉咙引吐,并立即送往医院。解毒药维生素 K。

5.6 保证期:溴鼠灵母药保证期为 2 年。



GB 20687-2006

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-29056

定价: 10.00 元