

灭 多 威 原 药

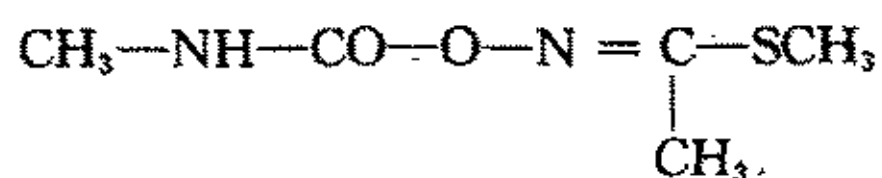
灭多威的其他名称、结构式和基本物化参数如下:

ISO 通用名称:Methomyl

CIPAC 数字代码:264

化学名称:1-(甲硫基)亚乙基氨基甲酸酯

结构式:



经验式: $\text{C}_5\text{H}_{10}\text{N}_2\text{O}_2\text{S}$

相对分子质量:162.2(按1989年国际相对原子质量计)

生物性质:内吸性杀虫剂

熔点:78~79℃

蒸汽压(25℃): $666.6 \times 10^{-5}\text{Pa}$

溶解度(g/L, 25℃):水 58; 甲醇 1 000; 丙酮 730; 乙醇 420。

稳定性:固体状态稳定,中性和微酸性介质中稳定,碱性溶液中缓慢分解,潮湿土壤中易分解。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了灭多威原药的技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输和贮存要求。

本标准适用于由灭多威原药及生产中产生的杂质组成的灭多威原药,应无外来杂质和添加的改性剂。

2 引用标准

GB/T 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 1600 农药水分测定方法

GB/T 1601 农药 pH 值的测定方法

GB/T 1604 农药验收规则

GB/T 1605 商品农药采样方法

GB 3796 农药包装通则

3 技术条件

3.1 外观:本品应为白色至浅黄色结晶粉末。

3.2 灭多威原药应符合下列指标要求:

项 目	指 标		
	优 等 品	一 等 品	合 格 品
灭多威含量, % (m/m) $\geq$	98.0	95.0	90.0
水分, % (m/m) $\leq$	0.3	1.5	3.0
pH 值	3.0~8.0		
丙酮不溶物, % (m/m) $\leq$	0.2	0.3	0.5

4 试验方法

除另有说明,本试验所使用的试剂均为分析纯,水符合 GB/T 6682 中的三级水。

4.1 灭多威的测定

4.1.1 鉴别试验

液相色谱法:本鉴别试验可与灭多威含量的测定同时进行。试样溶液主色谱峰的保留时间与标样溶液在相同条件下灭多威的保留时间,其偏差应在 1.5% 以内。

红外光谱法:在波数 $200\sim 4\,000\text{cm}^{-1}$ 区间内进行红外扫描,试样与标样的红外吸收光谱图应无明显差异。

4.1.2 灭多威含量的测定

4.1.2.1 高效液相色谱内标法(仲裁法)

4.1.2.1.1 方法提要

样品用甲醇溶解,以乙二醇苯醚为内标物,用甲醇+水(40+60)为流动相和紫外检测器(225nm)对灭多威原药进行反相液相色谱测定。

4.1.2.1.2 试剂和溶液

甲醇(GB/T 683),经 G5 玻璃砂芯过滤漏斗过滤;

灭多威标样:已知含量 $\geq 98.0\%$ (m/m);

内标物:乙二醇苯醚,不应含有干扰分析的杂质;

水:新制二次蒸馏水;

内标溶液:3.7g/L 乙二醇苯醚甲醇溶液。

4.1.2.1.3 仪器

高效液相色谱仪:具有可变波长紫外检测器;

色谱柱:20cm $\times$ 4.6mm(ID)不锈钢柱,内填 Spherisorb C₈(30/127) 10 μ m(或其他牌号的 C₈、C₁₈键合固定相),每米理论塔板数应不小于 3 万;

过滤器:滤膜孔径约 0.45 μ m;

进样器:50 μ L;

色谱处理机。

4.1.2.1.4 色谱操作条件

流动相:甲醇+水=40+60(V/V);

流速:1mL/min;

柱温:室温 $\pm 2^{\circ}\text{C}$;

检测波长:225nm;

灵敏度:0.05 满刻度吸光度单位;

进样量:10 μ L;

保留时间:灭多威 4.1min;乙二醇苯醚 7.2min。

上述液相色谱条件,系典型操作参数。可根据仪器的特点,对操作参数作适当调整,以获最佳效果。



图 1 灭多威原药高效液相色谱图
1—灭多威;2—乙二醇苯醚

4.1.2.1.5 测定步骤

a. 标样溶液的配制

称取灭多威标样约 0.10g(精确至 0.000 2g)置于 50mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。准确移取该溶液 10mL 于 50mL 容量瓶中,用移液管加入 10mL 内标溶液,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

b. 试样溶液的配制

称取含灭多威约 0.10g 试样(精确至 0.000 2g),置于 50mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。准确移取该溶液 10mL 于 50mL 容量瓶中,用移液管加入 10mL 内标溶液,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

c. 测定

在选定色谱条件下,待仪器稳定后,重复注入标样溶液,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%,按下列顺序进行液相色谱分析:

- a. 标样溶液;
- b. 试样溶液;
- c. 试样溶液;
- d. 标样溶液。

4.1.2.1.6 计算

将测得的 a、d 和 b、c 中灭多威与内标物峰面积之比分别进行平均。灭多威的质量百分含量 X_1 按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{r_2 m_1 P}{r_1 m_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中: r_1 ——标样溶液中灭多威与内标物峰面积比的平均值;

r_2 ——试样溶液中灭多威与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

P ——标样的百分含量, (m/m)。

4.1.2.1.7 允许差

两次平行测定结果之差,应不大于 1%。取其平均值,作为结果。

4.1.2.2 高效液相色谱外标法

4.1.2.2.1 方法提要

样品用甲醇溶解,以甲醇+水(40+60)为流动相和紫外检测器(235nm)对灭多威原药进行反相液相色谱分离和测定。

4.1.2.2.2 试剂

甲醇(GB/T 683),经 G5 玻璃砂芯过滤漏斗过滤;

灭多威标样:已知含量 $\geq 98.0\%$ (m/m);

水:新制二次蒸馏水。

4.1.2.2.3 仪器

高效液相色谱仪:具有可变波长紫外检测器;

色谱柱:20cm $\times$ 4.6mm(ID)不锈钢柱,内填 Spherisorb C₈(30/127) 10 μ m,或其他牌号的 C₈、C₁₈键合固定相;

过滤器:滤膜孔径约 0.45 μ m;

进样器:50 μ L。

4.1.2.2.4 色谱操作条件

流动相:甲醇+水=40+60(V/V);

流速:1mL/min;

检测波长:235nm;

柱温:室温 $\pm 2^{\circ}\text{C}$;

进样量:10 μ L;

保留时间:灭多威:4.1min。

上述液相色谱操作条件系典型操作参数,可根据不同仪器的特点对操作参数作适当调整,以获最佳效果。



图 2 灭多威原药高效液相色谱图

4.1.2.2.5 测定步骤

a. 标样溶液的配制

称取灭多威标准品约 0.10g(准确至 0.000 2g),置于 50ml 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。准确移取上述溶液 10mL 于 50mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

b. 试样溶液的配制

称取含灭多威约 0.10g 的原药试样(精确至 0.000 2g),置于 50mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。准确移取上述溶液 10mL 于 50mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

c. 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,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%,按下列顺序进行液相色谱分析:

- a. 标样溶液;
- b. 试样溶液;
- c. 试样溶液;
- d. 标样溶液。

4.1.2.2.6 计算

将测得的 a、d 和 b、c 中灭多威的峰面积分别进行平均、灭多威的质量百分含量 X_2 按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{A_2 m_1 P}{A_1 m_2} \dots\dots\dots (2)$$

式中: A_1 ——标样溶液中,灭多威峰面积的平均值;

A_2 ——试样溶液中,灭多威峰面积的平均值;

m_1 ——灭多威标样的质量,g;

m_2 ——灭多威试样的质量,g;

P ——灭多威标样的百分含量,(m/m)。

4.1.2.2.7 允许差

二次平行测定结果之差,应不大于 1%。取其平均值,作为结果。

4.2 水分的测定

按 GB/T 1600 进行测定(允许使用精度相当的微量水分测定仪测定)。

4.3 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行测定。

4.4 丙酮不溶物的测定

4.4.1 试剂

丙酮(GB/T 686)、化学纯。

4.4.2 仪器

锥形瓶:250mL;

古氏坩埚或玻璃砂芯坩埚:3 号;

烘箱:110℃。

4.4.3 测定步骤

称取 10g 试样(精确至 0.01g)放入锥形瓶中,加入 40mL 丙酮,摇动锥形瓶至所有可溶物溶解。用已恒重的坩埚过滤掉溶液,再用 60mL 丙酮分三次洗涤锥形瓶,并抽滤。将坩埚置于 110℃烘箱中干燥 30min,取出冷至室温,称重。丙酮不溶物的质量百分含量 X_3 ,按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中: m_1 ——恒重后坩埚与不溶物的质量,g;

m_0 ——坩埚的质量,g;

m ——试样的质量,g。

5 检验规则

5.1 取样方法

按照 GB/T 1603 中“原粉采样”方法取样。用随机方法确定取样的包装件；最终取样量应不少于 250g。

5.2 验收规则

按 GB/T 1604 标准进行验收。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 灭多威原药的标志和包装应符合 GB 3796 中的有关规定，并加商标。

6.2 灭多威原药应用内衬塑料袋的铁桶、木桶或编织袋包装，每桶(袋)净重不超过 50kg。

6.3 运输和贮存时，应严防潮湿和日晒，保持良好的通风，不得与食物、种子、饲料混放，避免与皮肤接触，防止由口鼻吸入。

6.4 包装件应贮存在通风、干燥的仓库中。

6.5 安全：在使用说明书或包装容器上，除有相应的毒性标志外，还应有如下有关毒性的说明：

灭多威属高毒氨基甲酸酯杀虫剂，吸入有毒，吞噬可致死。使用本品应避免直接与皮肤及眼睛接触，不要吸入粉尘及喷雾。所有操作应在通风处进行，并对皮肤及眼睛采取适当保护措施，万一接触，应用水冲洗 15min，再用肥皂和水洗净皮肤，并接受医生治疗。阿托品是特效解毒药。

附加说明：

本标准由中华人民共和国化学工业部技术监督司提出。

本标准由化学工业部沈阳化工研究院技术归口。

本标准由化学工业部沈阳化工研究院负责起草，山东农药研究所、济宁化工实验厂参加起草。

本标准主要起草人赵欣昕、刘国秀、张晓波、吴延风、祝建华、滑培临。