中华人民共和国化工行业标准

HG 2317—92

敌磺钠(敌克松)原药

1 主题内容与适用范围

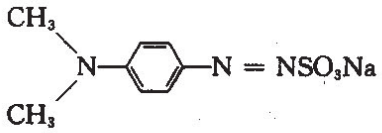
本标准规定了敌磺钠(敌克松)原药的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于由 4-N,N-二甲氨基苯胺、亚硝酸钠、亚硫酸钠合成制得的敌磺钠(敌克松)原药。

有效成分:敌磺钠(敌克松)

化学名称:对二甲氨基苯重氮磺酸钠

结构式:



分子式:$C_8H_{10}N_3SO_3Na$

相对分子质量:251.23(按 1989 年国际相对原子质量)

2 引用标准

GB 1600 农药水分测定方法

GB 1604 农药验收规则

GB 1605 商品农药采样方法

GB 3796 农药包装通则

3 技术要求

3.1 外观:棕色固体

3.2 敌磺钠(敌克松)原药应符合下列指标要求:

%(m/m)

项目		指标
敌磺钠(敌克松)含量	≥	60.0
水分	≤	30.0

4 检验方法

4.1 敌磺钠(敌克松)含量的测定

4.1.1 方法提要

敌磺钠(敌克松)试样用硅胶板分离提取后,在波长 435nm 处测定敌磺钠(敌克松)在亚硫酸钠溶液中的吸光度。

4.1.2 试剂和仪器

中华人民共和国化学工业部1992-06-01批准 1993-01-01实施

敌磺钠(敌克松)标准样品:已知含量;

亚硫酸钠(HG 3—1078)溶液:分析纯,25.2g/L;

二甲基甲酰胺:分析纯;

三氯甲烷(GB 682):分析纯;

甲醇(GB 683):分析纯;

氢氧化铵(GB 631):分析纯;

硅胶 G:薄层层析用;

可见分光光度计;

砂芯漏斗 G4(或布氏漏斗);

层析缸。

4.1.3 硅胶板的制备

称取 12g 硅胶 G,用 26～28mL 蒸馏水搅拌调成糊状,均匀涂布于 10cm×20cm 洗净后并用无水乙醇擦干的玻璃板上,晾干后置于烘箱中,120℃活化 1h,置于干燥器中冷却备用。

4.1.4 溶液的配制与测定

分别称取敌磺钠(敌克松)标准样品及试样 0.05～0.1g(精确至 0.000 2g)(含有效成分约 50mg),于二个 10mL 棕色容量瓶中,用二甲基甲酰胺溶解并定容至刻度,作为母液。

用 0.1mL 微量注射器或移液管分别吸取 0.1mL 母液,在制备好的硅胶板一端 2cm 处均匀点样,点成一条窄小的直线,待溶剂挥发后,将薄板直立于含有三氯甲烷+甲醇+氨水=75+25+2(*V*/*V*)的混合展开剂并预先充满饱和蒸气的层析缸中展开,薄板浸入展开剂约 0.5～1cm 深,待展开剂前沿到达 15～16cm 时,取出薄板置阴凉处晾干,刮下 *Rf* 值约在 0.40 处的黄色谱带,用亚硫酸钠溶液洗涤,过滤;直至硅胶颜色变白,将溶液全部转移至 100mL 棕色容量瓶中,加亚硫酸钠溶液至刻度,摇匀。在 435nm 处以亚硫酸钠溶液为参比,测吸光度 *A*。

4.1.5 计算

敌磺钠(敌克松)的质量百分含量 x 按下式计算:

$$x=\frac{A_x\times m_1\times w}{A_s\times m_2}$$

式中:A_x——在 435nm 处试样的吸光度;

A_s——在 435nm 处标样的吸光度;

m_1——标样的质量,g;

m_2——试样的质量,g;

w——标样的质量百分含量,%。

4.1.6 允许差

两次平行测定结果之差应不大于 1.5%。

4.2 水分测定

按 GB 1600 中共沸蒸馏法进行。

5 检验规则

5.1 农药验收按 GB 1604 进行。

5.2 农药采样方法按 GB 1605 进行。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 敌磺钠(敌克松)的标志按 GB 3796 有关规定进行,并加商标、生产许可证号。

6.2 敌磺钠(敌克松)包装应用清洁、干燥的黑色或棕色塑料袋包装,每袋 0.5 或 1kg;或外包装用钙塑

箱或瓦楞纸箱，每箱重 25kg。

6.3 运输时，必须严防雨淋、日晒。搬运、装卸小心轻放，以防散包污染其他物品。

6.4 敌磺钠（敌克松）应贮存在避光、通风、干燥、阴凉的仓库里，不得在露天或与其他物品堆放在一起。

6.5 本产品的质量保证期为 2 年，2 年内分解率不大于 15%。

附加说明：

本标准由中华人民共和国化学工业部科技司提出。

本标准由化学工业部沈阳化工研究院技术归口。

本标准由北京农业大学负责起草，上海农药研究所、吉林市农药厂、上海金桥化工厂、丹东市农药厂参加起草。

本标准主要起草人钱传范、单国民、贾明宏、邱立红、尉国平。