ICS 65.100
G 25
备案号:15012—2005

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG 3757—2004

福美双原药

Thiram technical

2004-12-14 发布　　2005-06-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会　发布

前　言

本标准的第3章、第5章是强制性的，其余是推荐的。

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。

本标准主要起草人：姜敏怡、李秀杰。

本标准委托全国农药标准化技术委员会秘书处负责解释。

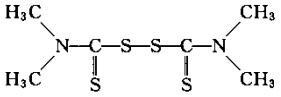
福美双原药

该产品有效成分福美双的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

ISO 通用名称：Thiram

化学名称：四甲基秋兰姆二硫化物

结构式：



实验式：$C_6H_{12}N_2S_4$

相对分子质量：240.4(按 2001 年国际相对原子质量计)

生物活性：杀菌

熔点：146℃

溶解度(室温)：丙酮 80 g/L，三氯甲烷 230 g/L，乙醇<10 g/L，水 30 mg/L。

稳定性：长期暴露在空气、热及潮湿环境下易变质，遇酸易分解。

1 范围

本标准规定了福美双原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由福美双及其生产中产生的杂质组成的福美双原药。

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 1600 农药水分测定方法

GB/T 1601 农药 pH 值测定方法

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 19138 农药丙酮不溶物测定方法

3 要求

3.1 外观：白色至浅黄色疏松粉末，无可见外来杂质。

3.2 福美双原药应符合表 1 要求。

表 1 福美双原药控制项目指标

项目		指标
福美双质量分数，%	≥	95.0
水分，%	≤	1.5
丙酮不溶物[a]，%	≤	0.5
pH 值范围		6.0～8.0
[a] 正常生产时，丙酮不溶物每 3 个月至少检测一次。		

4 试验方法

4.1 抽样

按 GB/T 1605—2001“商品原药采样”方法进行。用随机数表法确定抽样的包装件；最终抽样量应不少于 100 g。

4.2 鉴别试验

高效液相色谱法——本鉴别试验可与福美双含量的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液某色谱峰的保留时间与标样溶液中福美双色谱峰的保留时间，其相对差值分别应在 1.5%以内。

红外光谱法——试样与标样在 4000 cm^{-1}～400 cm^{-1}范围内的红外吸收光谱图，应无明显差异(见图 1)。

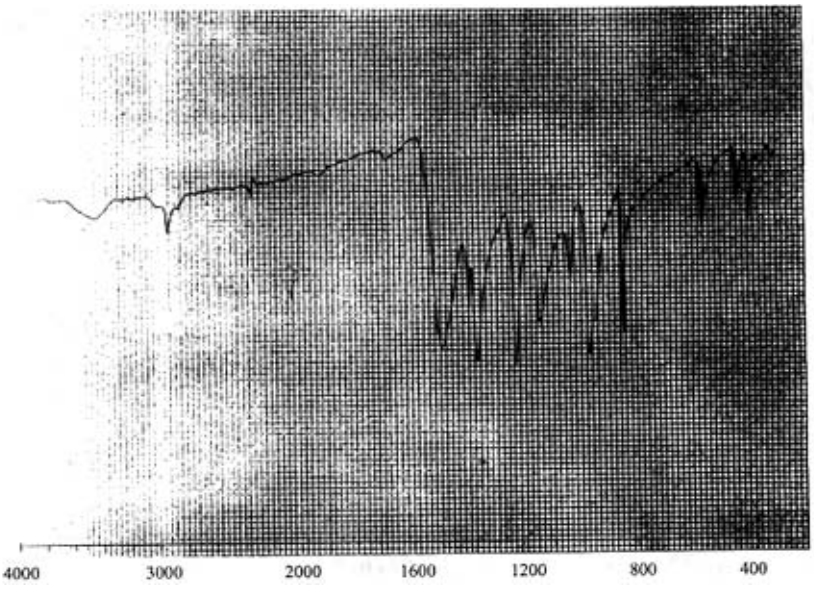


图 1 福美双标样的红外光谱图

4.3 福美双质量分数的测定

4.3.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇＋水为流动相，使用以 Nova-Pak C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器(254 nm)，对试样中的福美双进行反相高效液相色谱分离和测定。

4.3.2 试剂和溶液

水：新蒸二次蒸馏水。

甲醇：色谱级。

福美双标样：已知福美双质量分数≥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×3.9 mm(id)不锈钢柱，内装 Nova-Pak C_{18}、5μm 填充物(或具等同效果的色谱柱)。

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm。

定量进样管：5 μL。

超声波清洗器。

4.3.4 高效液相色谱操作条件

流动相：Ψ(甲醇：水)=45：55，经滤膜过滤，并进行脱气。

流量：1.0 mL/min。

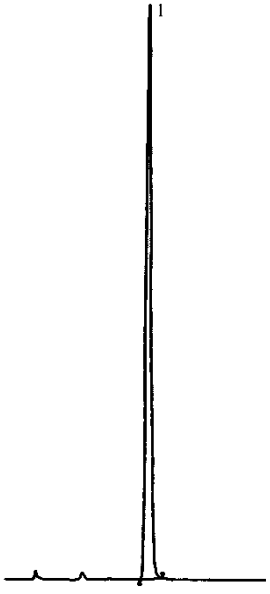
柱温：室温(温差变化应不大于2℃)。

检测波长：254 nm。

进样体积：5 μL。

保留时间：福美双约4.9 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。典型的福美双原药高效液相色谱图见图2。



1——福美双。

图2 福美双原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

称取福美双标样0.1 g(精确至0.0002 g)，置于50 mL容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，在超声波浴槽中振荡3 min，使其溶解，恢复至室温后，用移液管移取5 mL上述溶液于50 mL容量瓶中，再用甲醇稀释至刻度，摇匀。

4.3.5.2 试样溶液的制备

称取含福美双0.1 g的试样(精确至0.0002 g)，置于50 mL容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，在超声波浴槽中振荡3 min，使其溶解，恢复至室温后，用移液管移取5 mL上述溶液于50 mL容量瓶中，再用甲醇稀释至刻度，摇匀。

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，直至相邻两针福美双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。

4.3.6 计算

试样中福美双的质量分数 X_1(%)，按式(1)计算：

$$X_1=\frac{A_2 m_1 p}{A_1 m_2} \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：

A_1——标样溶液中，福美双峰面积的平均值；

A_2——试样溶液中，福美双峰面积的平均值；

m_1——标样的质量，单位为克(g)；

m_2——试样的质量，单位为克(g)；

p——标样中福美双的质量分数，单位为百分数(%)。

4.3.7 允许差

两次平行测定结果之差，应不大于 1.2%，取其算术平均值作为测定结果。

4.4 水分的测定

按 GB/T 1600 中的“共沸蒸馏法”进行。

4.5 丙酮不溶物的测定

按 GB/T 19138 进行。

4.6 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

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、贮运

5.1 福美双原药的标志、标签和包装，应符合 GB 3796 的规定。

5.2 福美双原药应用清洁、干燥、内衬塑料袋的塑料编织袋包装，每袋净含量应为 25 kg、50 kg。

5.3 根据用户要求或订货协议，可以采用其他形式的包装，但需符合 GB 3796 的规定。

5.4 福美双原药包装件应贮存在通风、干燥的库房中。

5.5 贮运时，不应剧烈撞击、抛摔，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。

5.6 安全：福美双为低毒杀菌剂，但对皮肤具有刺激性，饮酒后会使刺激加剧，故饮酒后应避免接触本品。使用本品应戴好防护用具，使用后应立即用肥皂和水洗净。福美双可湿性粉剂系可燃性有机化学品，应远离火源和热源，以防止燃烧。

5.7 验收期：福美双原药的验收期为 1 个月。从交货之日起，在 1 个月内完成产品的质量验收，其各项指标均应符合标准要求。