

团 体 标 准

T/CCPIA 196—2022

丁醚脲原药

Diafenthiuron technical material

2022 - 04 - 02 发布

2022 - 04 - 02 实施

中国农药工业协会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国农药工业协会提出并归口。

本文件起草单位：海利尔药业集团股份有限公司、江苏常隆农化有限公司、贵州省分析测试研究院。

本文件主要起草人：廖朝选、葛家成、王睿、王同波、余友成、胥林云、王洪瑶、何钰。



丁醚脲原药

1 范围

本文件规定了丁醚脲原药的技术要求、试验方法、检验规则、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运。

本文件适用于丁醚脲原药产品的质量控制。

注：丁醚脲的其他名称、结构式和基本物化参数见附录A。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 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 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 19138 农药丙酮不溶物测定方法

GB/T 30361—2013 农药干燥减量的测定方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 技术指标

4.1 外观

类白色至灰绿色粉末，无可见的外来杂质。

4.2 技术指标

丁醚脲原药应符合表1要求。

表1 丁醚脲原药控制项目指标

| 项 目 | 指 标 |
|-----------------------|---------|
| 丁醚脲质量分数/% | ≥97.0 |
| 干燥减量/% | ≤0.5 |
| pH值 | 5.5~8.5 |
| 丙酮不溶物 ^a /% | ≤0.5 |

^a 正常生产时，丙酮不溶物每3个月至少测定一次。

5 试验方法

警示：使用本文件的人员应有实验室工作的实践经验。本文件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。

5.1 一般规定

本文件所用试剂和水在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和蒸馏水。

5.2 取样

按 GB/T 1605—2001 中5.3.1进行。用随机数表法确定取样的包装件；最终取样量应不少于100 g。

5.3 鉴别试验

5.3.1 红外光谱法

丁醚脞原药与丁醚脞标样在 $4000\text{ cm}^{-1}\sim 400\text{ cm}^{-1}$ 范围的红外吸收光谱图应无明显差异，丁醚脞标样的红外光谱图见图1。

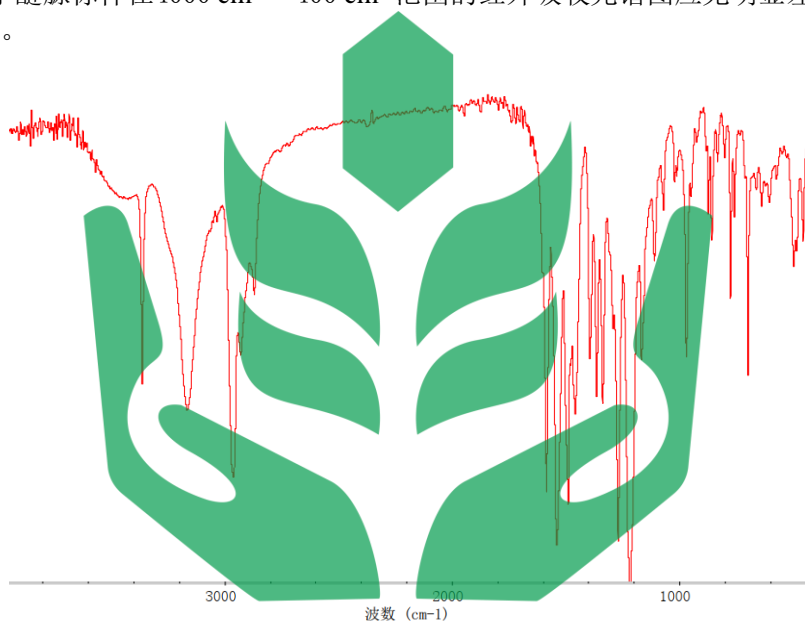


图1 丁醚脞标样红外光谱图

5.3.2 液相色谱法

本鉴别试验可与丁醚脞质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液中某色谱峰的保留时间与标样溶液中丁醚脞的色谱峰的保留时间，其相对差值应在1.5%以内。

5.4 外观的测定

采用目测法测定。

5.5 丁醚脞质量分数的测定

5.5.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以 C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长250 nm下对试样中的丁醚脞进行高效液相色谱分离，外标法定量。

5.5.2 试剂和溶剂

5.5.2.1 甲醇：色谱级。

5.5.2.2 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.5.2.3 丁醚脞标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.5.3 仪器

5.5.3.1 高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

5.5.3.2 色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装 C₁₈、5 μm 填充物（或具有同等效果的色谱柱）。

5.5.3.3 定量进样管：5 μL。

5.5.3.4 超声波清洗器。

5.5.4 高效液相色谱操作条件

5.5.4.1 流动相 A：甲醇。

5.5.4.2 流动相 B：水。

5.5.4.3 梯度洗脱条件见表 2。

表2 流动相设定条件

| 时间/min | 流动相A/% | 流动相B/% |
|--------|--------|--------|
| 0 | 80 | 20 |
| 25.0 | 80 | 20 |
| 25.1 | 100 | 0 |
| 30.0 | 100 | 0 |
| 32.0 | 80 | 20 |
| 35.0 | 80 | 20 |

5.5.4.4 流速：1.0 mL/min。

5.5.4.5 柱温：35 °C ± 2 °C。

5.5.4.6 检测波长：250 nm。

5.5.4.7 进样体积：5 μL。

5.5.4.8 保留时间：丁醚脲约 22.1 min。

5.5.4.9 上述液相色谱操作条件，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。典型的丁醚脲原药高效液相色谱图见图 2。

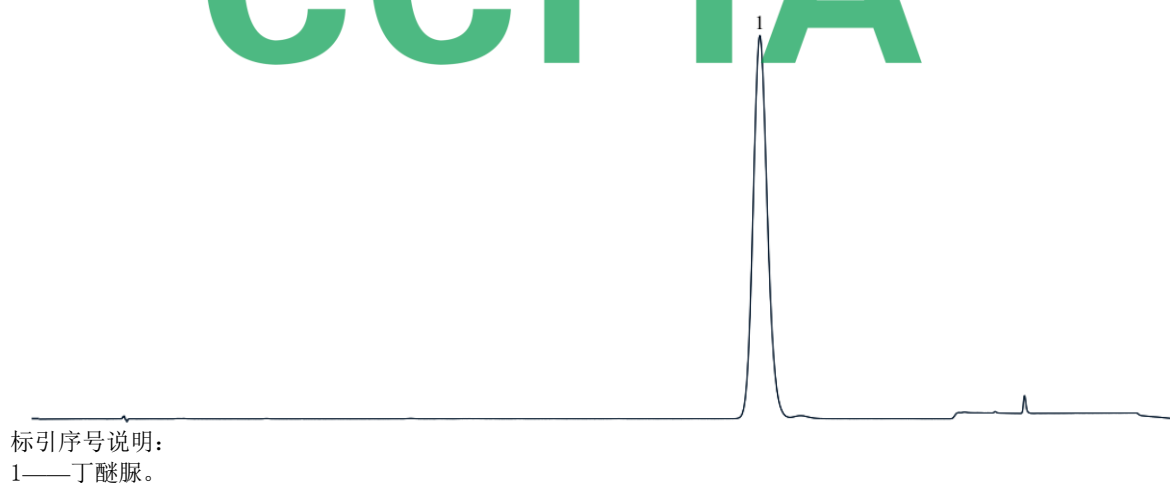


图2 丁醚脲原药高效液相色谱图

5.5.5 测定步骤

5.5.5.1 标样溶液的制备

称取0.05 g（精确至0.000 1 g）丁醚脲标样，置于100 mL容量瓶中，加入30 mL甲醇，超声波振荡5 min，冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀。

5.5.5.2 试样溶液的制备

称取含0.05 g（精确至0.000 1 g）丁醚脲的试样，置于100 mL容量瓶中，加入30 mL甲醇，超声波振荡5 min，冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀。

5.5.5.3 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，直至相邻两针丁醚脲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。

5.5.6 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丁醚脲峰面积分别进行平均。试样中丁醚脲质量分数按式（1）计算：

$$\omega_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times \omega}{A_1 \times m_2} \quad (1)$$

式中：

- ω_1 ——试样中丁醚脲的质量分数，以%表示；
- A_2 ——试样溶液中丁醚脲峰面积的平均值；
- m_1 ——标样的质量的数值，单位为克（g）；
- ω ——标样中丁醚脲的质量分数，以%表示；
- A_1 ——标样溶液中丁醚脲峰面积的平均值；
- m_2 ——试样的质量的数值，单位为克（g）。

5.5.7 允许差

丁醚脲质量分数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。

5.6 pH值的测定

按 GB/T 1601 进行。

5.7 干燥减量的测定

按 GB/T 30361—2013 中2.1进行。

5.8 丙酮不溶物的测定

按 GB/T 19138 进行。

6 检验规则

6.1 出厂检验

每批产品均应做出厂检验，经检验合格签发合格证后，方可出厂。出厂检验项目为第4章技术指标中除丙酮不溶物以外的所有项目。

6.2 型式检验

型式检验项目为第4章中的全部项目，在正常连续生产情况下，每3个月至少进行一次。有下述情况之一，应进行型式检验：

- a) 原料有较大改变，可能影响产品质量时；
- b) 生产地址、生产设备或生产工艺有较大改变，可能影响产品质量时；
- c) 停产后又恢复生产时；

d) 国家法定质量监管机构提出型式检验要求时。

6.3 判定规则

按 GB/T 8170—2008 中4.3.3判定检验结果是否符合本文件要求。

按第5章的检验方法对产品进行出厂检验和型式检验,任一项目不符合第4章的技术要求判为该批次产品不合格。

7 验收和质量保证期

7.1 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

7.2 质量保证期

在规定的储运条件下,丁醚脲原药的质量保证期,从生产日期算起为2年。质量保证期内,各项指标均应符合本文件要求。

8 标志、标签、包装、储运

8.1 标志、标签和包装

丁醚脲原药的标志、标签和包装应符合 GB 3796 的规定。

丁醚脲原药采用干燥、清洁、内衬塑料袋的复合袋或纸板桶包装,每袋或每桶净含量一般为25 kg;也可根据用户要求或订货协议,采用其它形式的包装,但应符合 GB 3796 的规定。

8.2 储运

丁醚脲原药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。



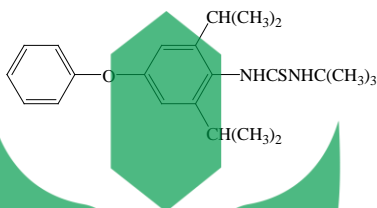
CCPIA

附录 A
(资料性)

丁醚脲的其他名称、结构式和基本物化参数

本产品有效成分丁醚脲的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

- ISO通用名称：Diafenthiuron；
- CAS登录号：[80060-09-9]；
- 化学名称：1-叔丁基-3-(2,6-二异丙基-4-苯氧基苯基)硫脲；
- 结构式：



- 分子式： $C_{23}H_{32}N_2OS$ ；
- 相对分子质量：384.6；
- 生物活性：杀虫、杀螨；
- 熔点（ $^{\circ}C$ ）：144.6~147.7；
- 蒸气压（25 $^{\circ}C$ ）： $<2 \times 10^{-3}$ mPa；
- $K_{ow}lgP$ ：5.76；
- Henry常数： $<1.28 \times 10^{-2}$ Pa·m³/mol（计算值）；
- 相对密度（20 $^{\circ}C$ ）：1.09 g/cm³；
- 溶解度（g/L，25 $^{\circ}C$ ）：水中0.06 mg/L、甲醇47、丙酮320、甲苯330、正己烷9.6、辛醇26；
- 稳定性：水解DT₅₀ 3.6 d（pH 7，25 $^{\circ}C$ ）、耐光性（水中，氙弧灯）1.6 h（pH 7，25 $^{\circ}C$ ）。

CCPIA

中华人民共和国
团体标准
丁醚脲原药
T/CCPIA 196—2022

*

中国农药工业协会
(北京市朝阳区农展南里12号通广大厦7层)
(邮政编码: 100125 网址: www.ccpia.org.cn)

*

2022年4月第1版 2022年4月北京第1次印刷

如有印装差错 由本发行单位调换
联系电话: (010) 84885183