

ICS 65.100

G 25

备案号: 15010—2005

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG 3755—2004

啮虫脒原药

Acetamiprid 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。

本标准参加起草单位:沙隆达郑州农药有限公司。

本标准起草人:赵欣昕、李秀杰、余永红、王跃凤。

本标准委托全国农药标准化技术委员会秘书处负责解释。

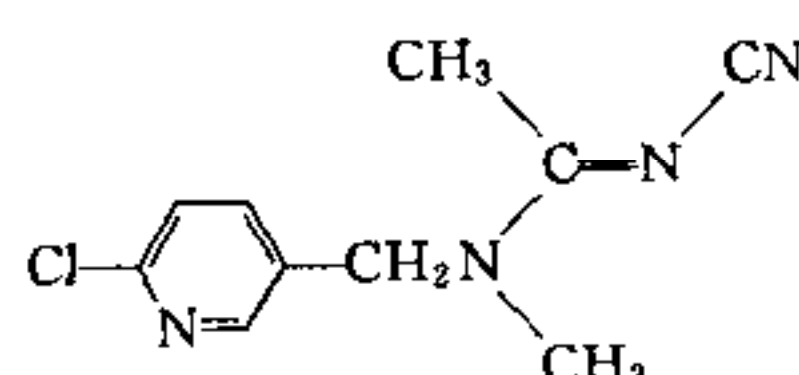
啉虫脒原药

该产品有效成分啉虫脒的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

ISO 通用名称: Acetamiprid

化学名称: *E*-*N*-[(6-氯-3-吡啶基)甲基]-*N*-(2)-氰基-*N*-甲基乙酰胺

结构式:



实验式: $C_{10}H_{11}ClN_4$

相对分子质量: 222.7 (按 1997 年国际相对原子质量计)

生物活性: 杀虫

熔点: 98.9℃

蒸气压: $<1 \times 10^{-3}$ mPa

溶解度(g/L, 25℃): 水中 4.2, 溶于丙酮、甲醇、乙醇、二氯甲烷、三氯甲烷、乙腈和四氢呋喃。

稳定性: 在 pH4~pH7 的缓冲溶液中稳定, 在 pH9 和 45℃ 下缓慢分解, 在光下稳定。

1 范围

本标准规定了啉虫脒原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由啉虫脒及其生产中产生的杂质组成的啉虫脒原药。

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 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 组成和外观: 白色至浅黄色固体, 无可见外来杂质。

3.2 啉虫脒原药应符合表 1 要求。

表 1 啉虫脒原药控制项目指标

项 目	指 标
啉虫脒质量分数, %	≥ 96.0
水分, %	≤ 0.5
丙酮不溶物 ^a , %	≤ 0.3
pH 值范围	4.0~7.0
^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 中“商品原药采样”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——本鉴别试验可与啶虫脒含量的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液某一色谱峰的保留时间与标样溶液中啶虫脒色谱峰的保留时间,其相对差值分别应在 1.5% 以内。

红外光谱法——试样与标样在 $4000\text{ cm}^{-1} \sim 400\text{ cm}^{-1}$ 波数范围内的红外光谱图,应没有明显差异(见图 1)。

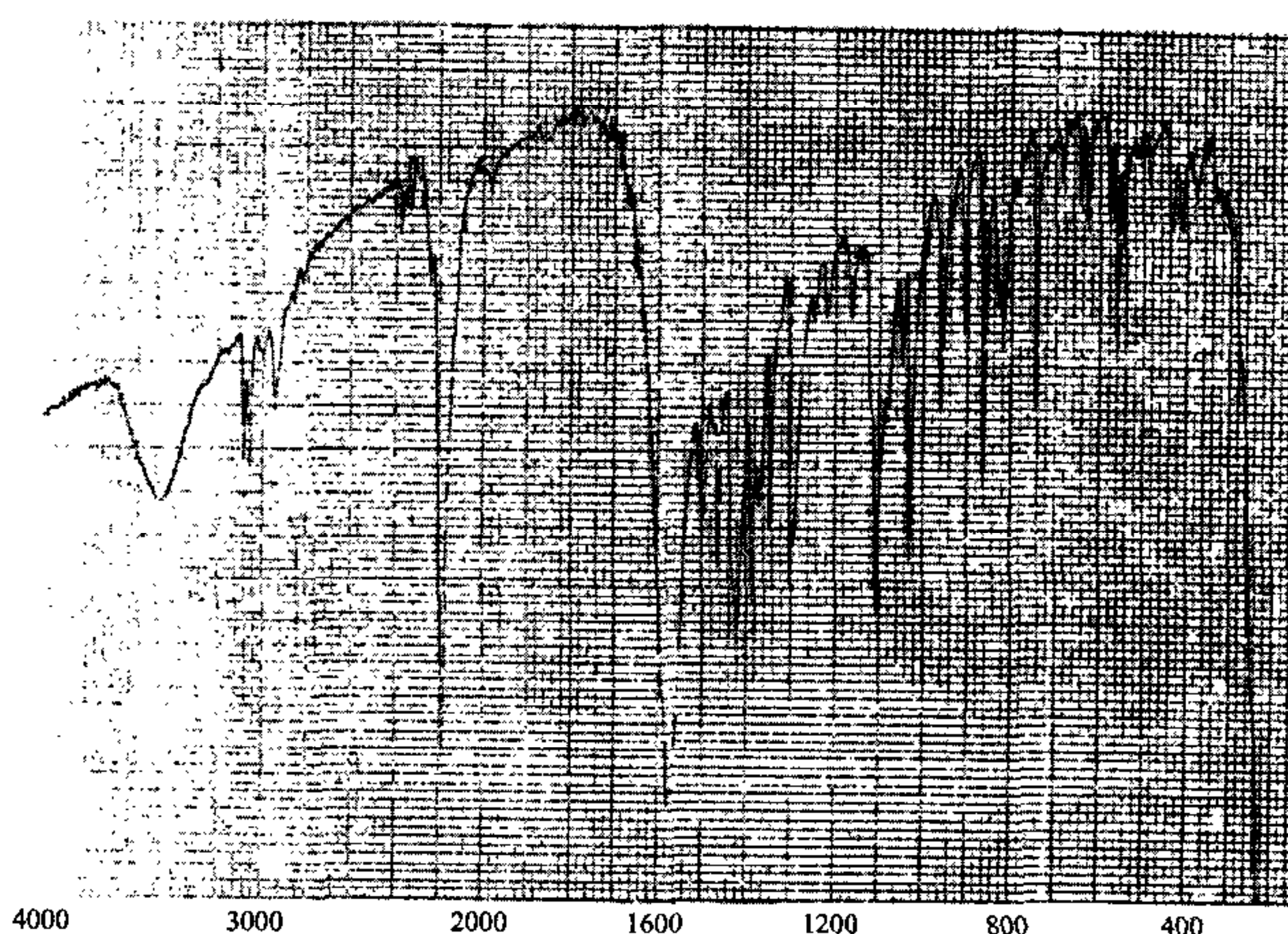


图 1 啶虫脒标样的红外光谱图

4.3 啶虫脒质量分数的测定

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} 、 $5\mu\text{m}$ 为填料的色谱柱和可变波长紫外检测器,对试样中的啶虫脒进行反相高效液相色谱分离和测定。

4.3.2 试剂和溶液

甲醇:色谱级。

水:新蒸二次蒸馏水。

啶虫脒标样:已知啶虫脒质量分数 $\geq 99.0\%$ 。

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(id)内装 Novapak C_{18} 、 $5\mu\text{m}$ 填料的不锈钢柱(或性能与其相当的其他键合硅胶柱)。

过滤器:滤膜孔径约 $0.45\mu\text{m}$ 。

微量进样器:100 μL 。

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)=35:65。

流量:0.6 mL/min。

柱温:室温(温差变化应不大于 2°C)。

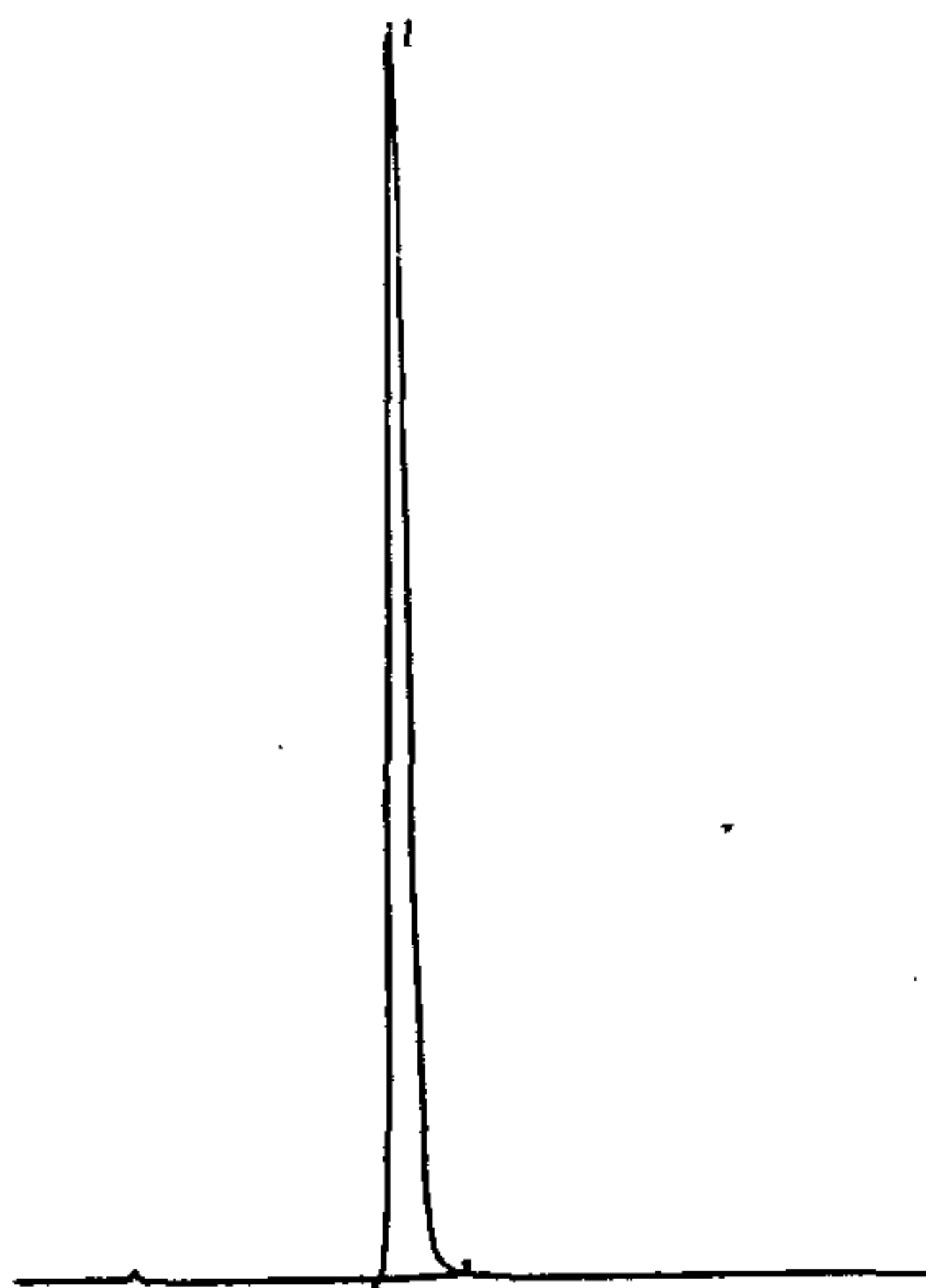
检测波长:254 nm。

进样体积:5 μL 。

保留时间:啉虫脒约 6.0 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。

典型的啉虫脒原药高效液相色谱图见图 2。



1—啉虫脒。

图 2 啉虫脒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 0.1 g 啉虫脒标样(精确至 0.0002 g),置于 50 mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,超声波振荡 10 min 使试样溶解,冷却至刻度,摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 于 50 mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

4.3.5.2 试样溶液的制备

称取含啉虫脒 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,超声波振荡 10 min 使试样溶解,冷却至刻度,摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 于 50 mL 容量瓶中,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,直至相邻两针啉虫脒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

试样中啶虫脒的质量分数 X_1 (%), 按式(1)计算:

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

式中:

A_1 ——标样溶液中, 啶虫脒峰面积的平均值;

A_2 ——试样溶液中, 啶虫脒峰面积的平均值;

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 ——标样中啶虫脒的质量分数, 单位为百分数(%).

4.3.7 允许差

啶虫脒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。

4.4 水分的测定

按 GB/T 1600 中的“卡尔·费休法”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。极限数值的处理采用修约值比较法。

5 标志、标签、包装、贮运

5.1 啶虫脒原药的标志、标签、包装, 应符合 GB 3796 的规定。

5.2 啶虫脒原药内衬塑料袋硬纸桶(编织袋)包装, 每桶(袋)不超过 25 kg。也可根据用户要求或订货协议, 采用其他形式的包装, 但需符合 GB 3796 的规定。

5.3 啶虫脒原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: 啶虫脒原药的毒性为中毒。使用本品应带防护手套、防毒面具, 穿干净的防护服, 避免与皮肤和眼睛接触, 防止由口鼻吸入, 一旦发生中毒, 应及时请医生治疗。

5.6 验收期: 啶虫脒原药验收期为 1 个月, 从交货之日起, 在 1 个月内, 完成产品质量验收, 其各项指标应符合标准要求。