



中华人民共和国国家标准

GB 29380—2012

胺菊酯原药

Tetramethrin technical material

2012-12-31 发布

2013-07-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准的第3章、第5章是强制性的,其余为推荐性的。

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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这些专利的责任。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会(SAC/TC 133)归口。

本标准负责起草单位:江苏扬农化工股份有限公司。

本标准参加起草单位:中山凯中有限公司、广州立白企业集团有限公司。

本标准主要起草人:刘卫荣、黄东进、林彬、阮慎、杨作毅。

胺 菊 酯 原 药

1 范围

本标准规定了胺菊酯原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运和验收期。

本标准适用于由胺菊酯及其生产中产生的杂质组成的胺菊酯原药。

注：胺菊酯的其他名称、结构式和基本物化参数参见附录 A。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

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 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987, MOD)

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

3 要求

3.1 组成与外观

本品应由胺菊酯及相关的生产杂质组成，为白色至浅黄色粉末或小块状物。

3.2 技术指标

胺菊酯原药还应符合表 1 要求。

表 1 胺菊酯原药控制项目指标

项 目	指 标
胺菊酯质量分数/%	≥ 92.0
顺式异构体/反式异构体	$(20 \pm 5)/(80 \pm 5)$
酸度(以 H_2SO_4 计)/%	≤ 0.2
干燥减量质量分数/%	≤ 0.5
丙酮不溶物质量分数/%	≤ 0.2

4 试验方法

4.1 一般规定

本标准所用试剂和水在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级

水。试验中所用标准滴定溶液,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601 的规定制备和标定。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中的 4.3.3 修约值比较法进行。

4.2 抽样

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

4.3 鉴别试验

下列方法可任选其一。当用一种方法不能确定时,应再使用另一种方法加以确定。

气相色谱法——本鉴别试验可与胺菊酯质量分数的测定同时进行。在相同的色谱条件下,试样溶液中某色谱峰的保留时间与标样溶液胺菊酯色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

红外光谱法——试样与胺菊酯标样在 $4\,000\text{ cm}^{-1}\sim 400\text{ cm}^{-1}$ 范围内的红外吸收光谱图应无明显差异。胺菊酯标样红外光谱图见图 1。

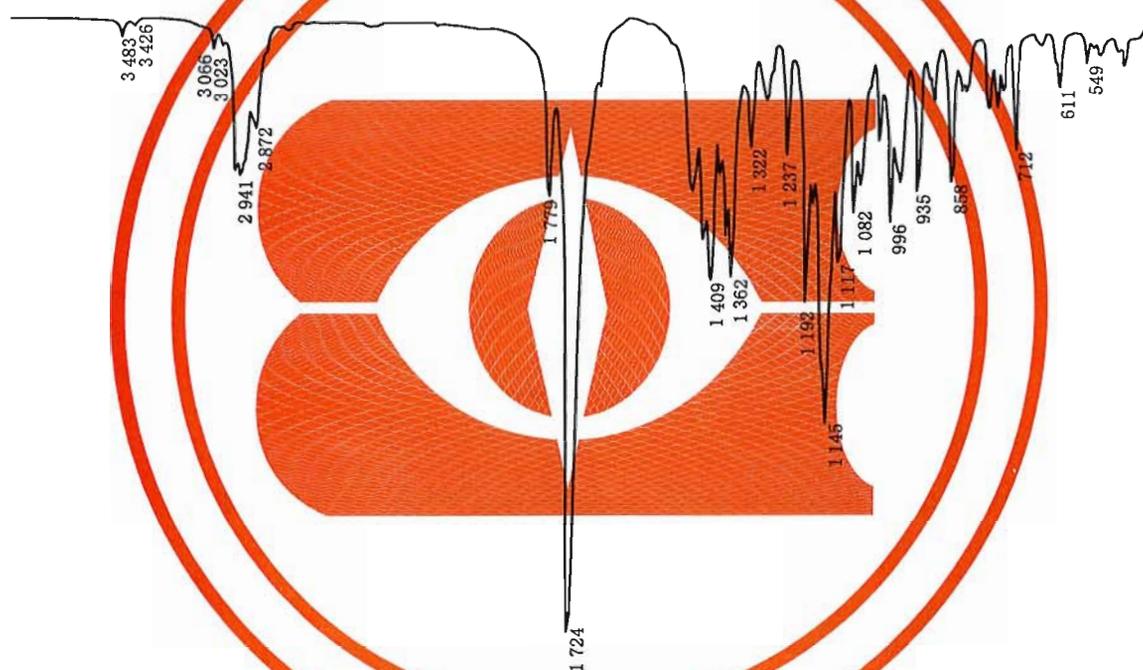


图 1 胺菊酯标样的红外光谱图

4.4 胺菊酯质量分数及顺反式异构体的测定

4.4.1 方法提要

试样用乙酸乙酯溶解,以邻苯二甲酸二异辛酯为内标物,使用 DB-210 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的胺菊酯进行气相色谱分离和测定。

4.4.2 试剂和溶液

胺菊酯标样:已知胺菊酯质量分数, $w \geq 98.0\%$;

邻苯二甲酸二异辛酯;

乙酸乙酯;

内标溶液:称取 0.8 g 的邻苯二甲酸二异辛酯,于 100 mL 的容量瓶中,用乙酸乙酯溶解、定容,

摇匀。

4.4.3 仪器

气相色谱仪：具氢火焰离子化检测器；

色谱数据处理机或色谱工作站；

色谱柱：30 m×0.25 mm(i. d.)DB-210 融熔石英柱，膜厚 0.25 μm。

4.4.4 色谱操作条件

温度：柱室 240 °C，气化室 250 °C，检测器室 250 °C；

气体流速：载气(N₂)1.6 mL/min，氢气 30 mL/min，空气 400 mL/min；

保留时间：内标物约 3.5 min，顺式胺菊酯约 4.7 min，反式胺菊酯约 5.4 min。

上述气相色谱操作条件，系典型操作参数；可根据不同仪器特点，对给定操作参数作适当调整，以期获得最佳效果。典型的胺菊酯原药的气相色谱图见图 2。

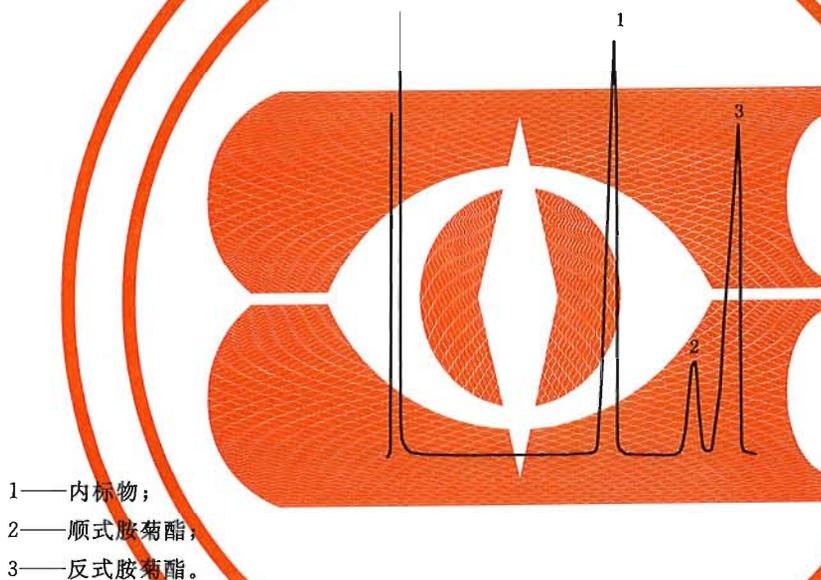


图 2 胺菊酯原药和内标物的气相色谱图

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的制备

称取胺菊酯标样 0.08 g(精确至 0.000 2 g)，于 15 mL 清洁、干燥的具塞小瓶中，用移液管准确加入 10 mL 内标溶液，摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的制备

称取含胺菊酯 0.08 g 的试样(精确至 0.000 2 g)，于 15 mL 清洁、干燥的具塞小瓶中，用与 4.4.5.1 中同一支移液管准确加入 10 mL 内标溶液，摇匀。

4.4.5.3 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，直至相邻两针胺菊酯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。

4.4.5.4 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胺菊酯与内标物峰面积分别进行平均。试样中胺菊酯质量分数按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{r_2 \times m_1 \times w}{r_1 \times m_2} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- w_1 ——试样中胺菊酯质量分数,以%表示;
- r_1 ——标样溶液中顺、反胺菊酯峰面积之和与内标物峰面积比的平均值;
- r_2 ——试样溶液中顺、反胺菊酯峰面积之和与内标物峰面积比的平均值;
- m_1 ——胺菊酯标样的质量,单位为克(g);
- m_2 ——胺菊酯试样的质量,单位为克(g);
- w ——胺菊酯标样中胺菊酯质量分数,以%表示。

4.4.5.5 顺式异构体/反式异构体的测定

顺式异构体/反式异构体的测定和胺菊酯的质量分数的测定同时进行。

顺式异构体/反式异构体的比例 α 按式(2)计算:

$$\alpha = \frac{A_1/(A_1 + A_2)}{A_2/(A_1 + A_2)} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- A_1 ——试样溶液中顺式胺菊酯的峰面积;
- A_2 ——试样溶液中反式胺菊酯的峰面积。

4.4.5.6 允许差

胺菊酯的质量分数的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。

4.5 酸度的测定

4.5.1 试剂和溶液

- 无水乙醇;
- 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.01 \text{ mol/L}$;
- 甲基红:1 g/L 乙醇溶液;
- 溴甲酚绿:1 g/L 乙醇溶液;
- 混合指示剂:取 2 mL 甲基红乙醇溶液和 10 mL 溴甲酚绿乙醇溶液,混合均匀。

4.5.2 操作步骤

称取 2 g 试样(精确至 0.000 2 g),置于 250 mL 锥形瓶中,加入无水乙醇溶液 50 mL,摇动使试样溶解;加入 6 滴混合指示液,用 0.01 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液滴定,溶液由红色变为绿色为终点;同时作空白测定。

4.5.3 计算

试样的酸度 w_2 (以 H_2SO_4 计),按式(3)计算:

$$w_2 = \frac{c \times (V_1 - V_0) \times M}{1\ 000m} \times 100 \dots\dots\dots(3)$$

式中:

w_2 ——试样的酸度质量分数,以%表示;

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——滴定试样溶液消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定空白溶液消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试样的质量,单位为克(g);

M ——硫酸的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol), $\left[M\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right)=49.04\right]$ 。

4.6 干燥减量的测定

4.6.1 仪器

烘箱:50℃±2℃;

称量瓶:内径70mm,高40mm;

干燥器。

4.6.2 测定步骤

将称量瓶放入烘箱中烘1h,取出置于干燥器内冷却至室温,称量(精确至0.0002g)。重复上述步骤,直至称量瓶恒重为止。在瓶内放置2g试样,铺平,称量(精确至0.01g),将称量瓶放入烘箱,不加盖,烘2h后,取出并放入干燥器中冷却至室温,称量(精确至0.0002g)。

4.6.3 计算

试样的干燥减量质量分数按式(4)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

w_3 ——试样的干燥减量质量分数,以%表示;

m_1 ——试样和称量瓶烘干前的质量,单位为克(g);

m_2 ——试样和称量瓶烘干后的质量,单位为克(g);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

4.6.4 允许差

两次平行测定结果之相对偏差应不大于30%;取其算术平均值作为测定结果。

4.7 丙酮不溶物的测定

按GB/T 19138进行。

4.8 产品的检验与验收

应符合GB/T 1604的规定。

5 标志、标签、包装、贮运、安全和验收期

5.1 标志、标签、包装

胺菊酯原药的标志、标签、包装应符合GB 3796的规定;胺菊酯原药应用开口铁桶、内衬双层塑料

袋包装,每桶净含量一般为 20 kg;根据用户要求或订货协议可采用其他形式的包装,但需符合 GB 3796 的规定。

5.2 贮运

胺菊酯原药包装件应贮存在通风、干燥的库房中;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。

5.3 安全

胺菊酯为低毒性拟除虫菊酯类杀虫剂,吸入或接触均有毒,使用本品时应穿戴防护用品,施药后应用肥皂洗净。本品无特效解毒药,误服者应立即到医院对症治疗。

5.4 验收期

胺菊酯原药验收期为 1 个月。从交货之日起,在 1 个月内完成产品质量验收,其各项指标均应符合标准要求。

附录 A
(资料性附录)

胺菊酯的其他名称、结构式和基本物化参数

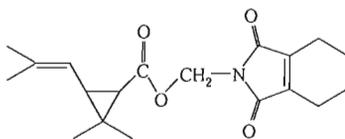
本产品有效成分胺菊酯的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO 通用名称：tetramethrin

CAS 登录号：7696-12-0

CIPAC 数字代码：322

化学名称：环己-1-烯-1,2-二羧酰亚氨基甲基(RS)-2,2-二甲基-3-(2-甲基丙-1-烯基)环丙烷羧酸酯
结构式：



实验式： $C_{19}H_{25}NO_4$

相对分子质量：331.42(按 2007 年国际相对原子质量计)

生物活性：杀虫剂

蒸汽压(20 °C)： 4.7×10^{-2} Pa

相对密度(20 °C)：1.108

溶解度：不溶于水，可溶于二甲苯、甲苯、丙酮、乙醇和氯仿中。

稳定性：对热较稳定，在光照下逐渐分解，遇碱和强酸分解。