



中华人民共和国国家标准

GB 28130—2011

吡螨灵原药

Pyridaben technical material

2011-12-30 发布

2012-04-15 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,其余是推荐性的。

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协会提出。

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:沈阳化工研究院有限公司。

本标准参加起草单位:江苏克胜集团股份有限公司、青岛奥迪斯生物科技有限公司。

本标准主要起草人:姜敏怡、吴伟、王海霞、王春玲、李学臣。

哒 螨 灵 原 药

1 范围

本标准规定了哒螨灵原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运及验收期。
本标准适用于由哒螨灵及其生产中产生的杂质组成的哒螨灵原药。
注：哒螨灵的其他名称、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—2002 化学试剂 标准滴定溶液的制备
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(GB/T 19138—2003,CIPAC MT27,MOD)

3 要求

3.1 外观

白色颗粒或粉末状固体，无可见的外来物和填加的改性剂。

3.2 技术指标

哒螨灵原药应符合表 1 要求。

表 1 哒螨灵原药控制项目指标

项 目	指 标
哒螨灵质量分数/%	≥ 95.0
水分质量分数/%	≤ 0.5
酸度(以 H ₂ SO ₄ 计)/%	≤ 0.3
或碱度(以 NaOH 计)/%	≤ 0.2
丙酮不溶物质量分数*/%	≤ 0.5
* 正常生产时，丙酮不溶物质量分数每三个月至少测定一次。	

4 试验方法

4.1 抽样

按 GB/T 1605—2001 中“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

下列方法可任选其一。当用一种方法不能鉴别时,应再使用另一种方法加以确定。

红外光谱法——试样与吡螨灵标样在 $4\,000\text{ cm}^{-1}\sim 400\text{ cm}^{-1}$ 的红外吸收光谱图应没有明显区别。吡螨灵标样红外光谱图见图 1。

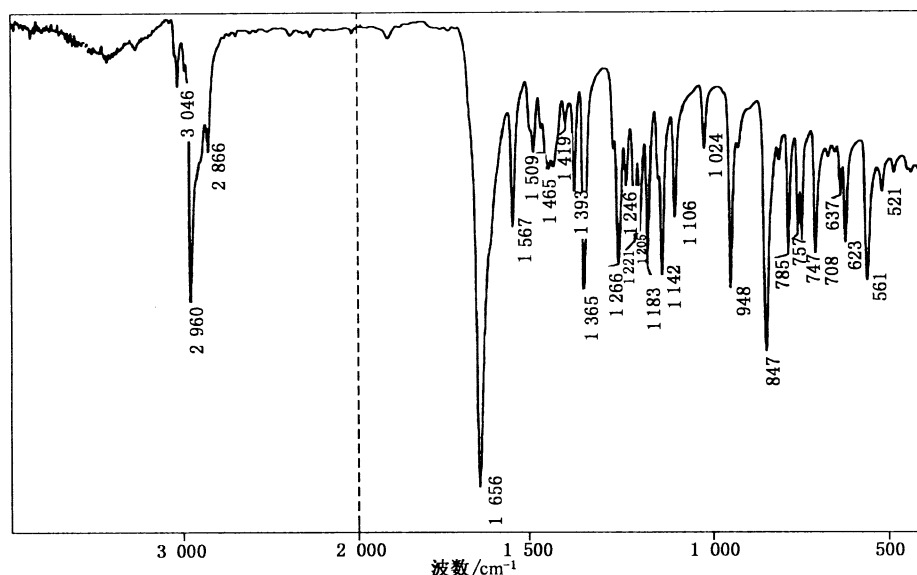


图 1 吡螨灵标样的红外光谱图

高效液相色谱法——本鉴别试验可与吡螨灵质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中某一色谱峰的保留时间与吡螨灵标样溶液中吡螨灵色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

4.3 吡螨灵质量分数的测定

4.3.1 高效液相色谱法(仲裁法)

4.3.1.1 方法提要

试样用甲醇溶解,以乙腈+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(240 nm),对试样中的吡螨灵进行高效液相色谱分离和测定。

4.3.1.2 试剂和溶液

甲醇;

乙腈:色谱纯;

水:新蒸二次蒸馏水;

吡螨灵标样:已知吡螨灵质量分数 $w \geq 99.0\%$ 。

4.3.1.3 仪器

高效液相色谱仪:具有可变波长紫外检测器;

色谱数据处理机或工作站;

色谱柱:150 mm×3.9 mm(i.d.)不锈钢柱,内装 Nova-Pak C_{18} , 5 μm 填充物(或同等效果的色谱柱);

过滤器:滤膜孔径约 $0.45\ \mu\text{m}$;
 微量进样器: $50\ \mu\text{L}$;
 定量进样管: $5\ \mu\text{L}$;
 超声波清洗器。

4.3.1.4 高效液相色谱操作条件

流动相: $\Psi(\text{CH}_3\text{CN}:\text{H}_2\text{O})=85:15$;
 流速: $1.0\ \text{mL}/\text{min}$;
 柱温:室温(温差变化应不大于 $2\ ^\circ\text{C}$);
 检测波长: $240\ \text{nm}$;
 进样体积: $5\ \mu\text{L}$;
 保留时间:吡螨灵约 $5.6\ \text{min}$ 。

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。
 典型的吡螨灵原药高效液相色谱图见图 2。

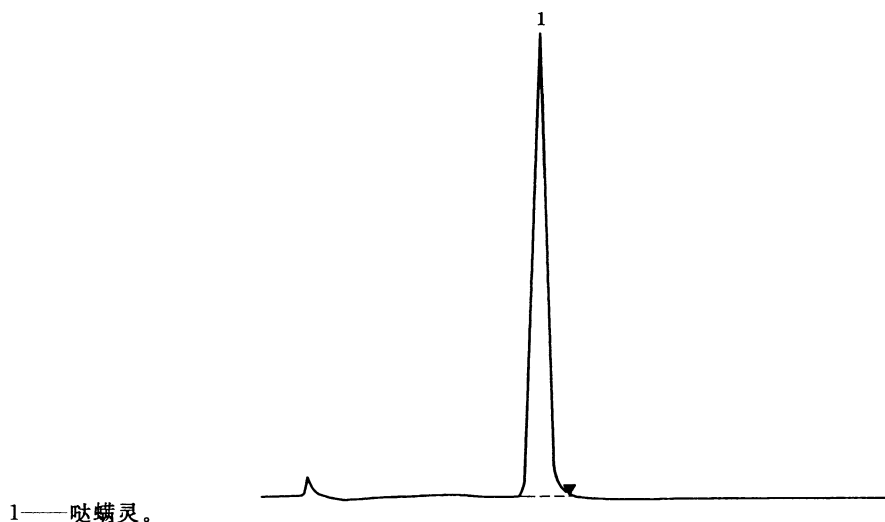


图 2 吡螨灵原药的高效液相色谱图

4.3.1.5 测定步骤

4.3.1.5.1 标样溶液的制备

称取 $0.1\ \text{g}$ 吡螨灵标样(精确至 $0.000\ 2\ \text{g}$),置于 $50\ \text{mL}$ 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,超声波振荡 $5\ \text{min}$ 使试样溶解,冷却至室温,摇匀。用移液管移取上述溶液 $5\ \text{mL}$ 于 $50\ \text{mL}$ 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

4.3.1.5.2 试样溶液的制备

称取含吡螨灵 $0.1\ \text{g}$ 的试样(精确至 $0.000\ 2\ \text{g}$),置于 $50\ \text{mL}$ 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,超声波振荡 $5\ \text{min}$ 使试样溶解,冷却至室温,摇匀。用移液管移取上述溶液 $5\ \text{mL}$ 于 $50\ \text{mL}$ 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

4.3.1.5.3 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,直至相邻两针吡螨灵峰面积相对变化

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。

4.3.1.6 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哒螨灵峰面积分别进行平均。试样中哒螨灵的质量分数按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot w}{A_1 \cdot m_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

w_1 ——试样中哒螨灵的质量分数,以 % 表示;

A_2 ——试样溶液中,哒螨灵峰面积的平均值;

m_1 ——哒螨灵标样的质量,单位为克(g);

w ——哒螨灵标样的质量分数,以 % 表示;

A_1 ——标样溶液中,哒螨灵峰面积的平均值;

m_2 ——试样的质量,单位为克(g)。

4.3.1.7 允许差

哒螨灵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。

4.3.2 毛细管气相色谱法

4.3.2.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解,以邻苯二甲酸双环己酯为内标物,使用 DB-1701 涂壁的石英毛细管柱,和氢火焰离子化检测器,对试样中的哒螨灵进行毛细管气相色谱分离和测定。

4.3.2.2 试剂和溶液

三氯甲烷;

哒螨灵标样:已知质量分数 $w \geq 99.0\%$;

邻苯二甲酸双环己酯:不含有干扰分析的杂质;

内标溶液:称取 5.0 g 的邻苯二甲酸双环己酯置于 500 mL 的容量瓶中,用三氯甲烷溶解、定容、摇匀。

4.3.2.3 仪器

气相色谱仪:具氢火焰离子化检测器;

色谱柱:30 m×0.32 mm (i. d.) 石英毛细柱,内壁涂 DB-1701,膜厚 0.25 μm ;

色谱数据处理机或色谱工作站。

4.3.2.4 气相色谱操作条件

温度($^{\circ}\text{C}$):柱室 240,气化室 270,检测室 280;

气体流量(mL/min):载气 (N_2)1.8,氢气 30,空气 300,补偿气 25;

分流比:40:1;

进样体积:2.0 μL ;

保留时间:哒螨灵约 8.2 min,内标物约 5.0 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,对给定的操作参数作适当调整,以期获得最佳效果。典型的哒螨灵原药与内标物的气相色谱图见图 3。

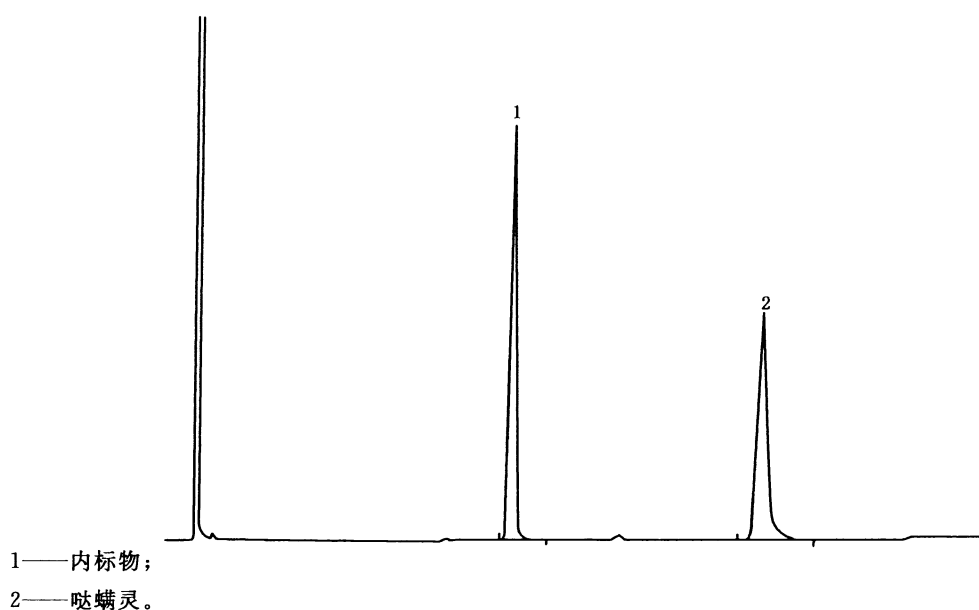


图3 吡蚜灵原药与内标物的气相色谱图

4.3.2.5 测定步骤

4.3.2.5.1 标样溶液的配制

称取吡蚜灵标样 0.05 g(精确至 0.000 2 g),置于一具塞玻璃瓶中,用移液管准确加入 5 mL 内标溶液,摇匀。

4.3.2.5.2 试样溶液的配制

称取含吡蚜灵 0.05 g 的试样(精确至 0.000 2 g),置于一具塞的玻璃瓶中,用与 4.3.2.5.1 中使用的同一支移液管准确加入 5 mL 内标溶液,摇匀。

4.3.2.5.3 测定

在上述色谱操作条件下,待仪器稳定后,连续注入数针标样溶液,直至相邻两针吡蚜灵与内标物的峰面积比的相对变化小于 1.5% 后,按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行分析测定。

4.3.2.6 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吡蚜灵与内标物的峰面积比分别进行平均。试样中吡蚜灵质量分数按式(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 ——试样中吡蚜灵质量分数,以 % 表示;

r_2 ——试样溶液中吡蚜灵与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——标样的质量,单位为克(g);

w ——标样中吡蚜灵的质量分数,以 % 表示;

r_1 ——标样溶液中吡蚜灵与内标物峰面积比的平均值;

m_2 ——试样的质量,单位为克(g)。

4.3.2.7 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 水分质量分数的测定

按 GB/T 1600 进行。允许使用精度相当的微量水分测定仪测定。

4.5 酸度(碱度)质量分数的测定

4.5.1 试剂和溶液

氢氧化钠标准滴定溶液 $c(\text{NaOH})=0.02 \text{ mol/L}$,按 GB/T 601—2002 中 4.1 配制和标定;

盐酸标准滴定溶液 $c(\text{HCl})=0.02 \text{ mol/L}$,按 GB/T 601—2002 中 4.1 配制和标定;

指示液:溴甲酚绿乙醇溶液, $\rho(\text{溴甲酚绿})=1 \text{ g/L}$;

丙酮溶液:取 10 mL 水和 90 mL 丙酮,加 1 mL 指示液,摇匀。用氢氧化钠标准滴定溶液滴定由黄色至蓝色,备用。

4.5.2 测定方法

称取试样 1 g(精确至 0.002 g),置于 150 mL 锥形瓶中,加入 25 mL 丙酮溶液,摇动使试样溶解。若溶液为黄色按 a)测定溶液的酸度;若溶液为蓝色则按 b)测定溶液的碱度。

a) 酸度:用 0.02 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液滴定,滴定上述溶液至蓝色为终点。

b) 碱度:用 0.02 mol/L 盐酸标准滴定溶液滴定,滴定上述溶液至黄色为终点。

4.5.3 计算

a) 试样酸度按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{cV_1 \times M}{m \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

w_2 ——试样酸度,以%表示;

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度,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);

M ——硫酸的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol), $\left[M\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right)=49\right]$;

m ——试样的质量,单位为克(g)。

b) 试样碱度按式(2')计算:

$$w'_2 = \frac{cV_1 \times M}{m \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2')$$

式中:

w'_2 ——试样碱度,以%表示;

c ——盐酸标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——滴定试样溶液消耗盐酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

M ——氢氧化钠的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol), $[M(\text{NaOH})=40]$;

m ——试样的质量,单位为克(g)。

4.6 丙酮不溶物质量分数的测定

按 GB/T 19138 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、安全、验收期

5.1 标志、标签、包装

哒螨灵原药的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定;哒螨灵原药应用编织袋内衬清洁的塑料袋或纸板桶内衬清洁的塑料袋包装,每袋、每桶净含量一般为 25 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

哒螨灵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

本品属中等毒性的杀螨、杀虫剂,吞噬和吸入均有毒,可经皮肤渗入。使用本品时要戴防护镜和胶皮手套穿必要的防护衣物。施药后,应立即用肥皂和水洗净。如皮肤、眼睛不慎沾上本品,应立即用大量清水冲洗。误服者应立即送医院对症治疗。

5.4 验收期

哒螨灵原药验收期为一个月。从交货之日起,在一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)

吡蚜灵的其他名称、结构式和基本物化参数

本产品有效成分吡蚜灵的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

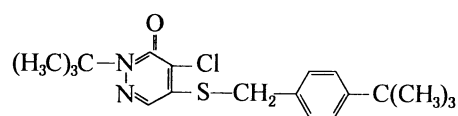
ISO 通用名称：Pyridaben

CAS 登录号：96489-71-3

CIPAC 数字代码：583

化学名称：2-特丁基-5-(4-特丁基苄硫基)-4-氯-3(2H)-吡嗪酮

结构式：



实验式： $C_{19}H_{25}ClN_2OS$

相对分子质量：364.9

生物活性：杀蚜、杀虫

熔点：约 111 °C ~ 112 °C

蒸气压： $<0.25 \text{ mPa}$ (20 °C)

溶解度 (20 °C, g/L)：水中 1.2×10^{-5} ，丙酮 460，苯 110，环己烷 320，乙醇 57，正辛烷 63，己烷 10，二甲苯 390

稳定性：在 pH4 ~ pH9 的水溶液和大多数有机溶剂中稳定，50 °C 贮存 3 个月稳定，正常贮存条件下至少两年是稳定的，对光不稳定。