

ICS 65. 100. 10  
G 25  
备案号:38701—2013

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4464—2012

---

### 虫酰肼原药

Tebufenozide technical material

2012-12-28 发布

2013-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准的附录 A 为资料性附录。

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/TC133)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：江苏宝灵化工股份有限公司、海利尔药业集团股份有限公司、山东潍坊双星农药有限公司、山东京博农化有限公司。

本标准主要起草人：王海霞、咎艳坤、殷汉军、井晓刚、李云、曹同波、王鲜华。

# 虫酰肼原药

## 1 范围

本标准规定了虫酰肼原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运、安全、验收期。  
本标准适用于由虫酰肼及其生产中产生的杂质组成的虫酰肼原药。  
注：虫酰肼的其他名称、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，仅所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 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 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(mod ISO 3696 : 1987)  
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(mod CIPAC MT 27)

## 3 要求

### 3.1 外观

类白色粉末状固体。

### 3.2 技术指标

虫酰肼原药还应符合表 1 要求。

表 1 虫酰肼原药控制项目指标

项 目	指 标
虫酰肼质量分数/% ≥	95.0
N,N-二甲基甲酰胺不溶物 <sup>a</sup> / % ≤	0.2
干燥减量/% ≤	1.0
pH 值范围	5.0~8.0
<sup>a</sup> 正常生产时,N,N-二甲基甲酰胺不溶物每 3 个月至少测定一次。	

## 4 试验方法

安全提示：使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准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,并保证符合国家有关法规的规定。

### 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。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。用随机数表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

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

高效液相色谱法——本鉴别试验可与虫酰肼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虫酰肼的保留时间,其相对差值应在 1.5 % 以内。

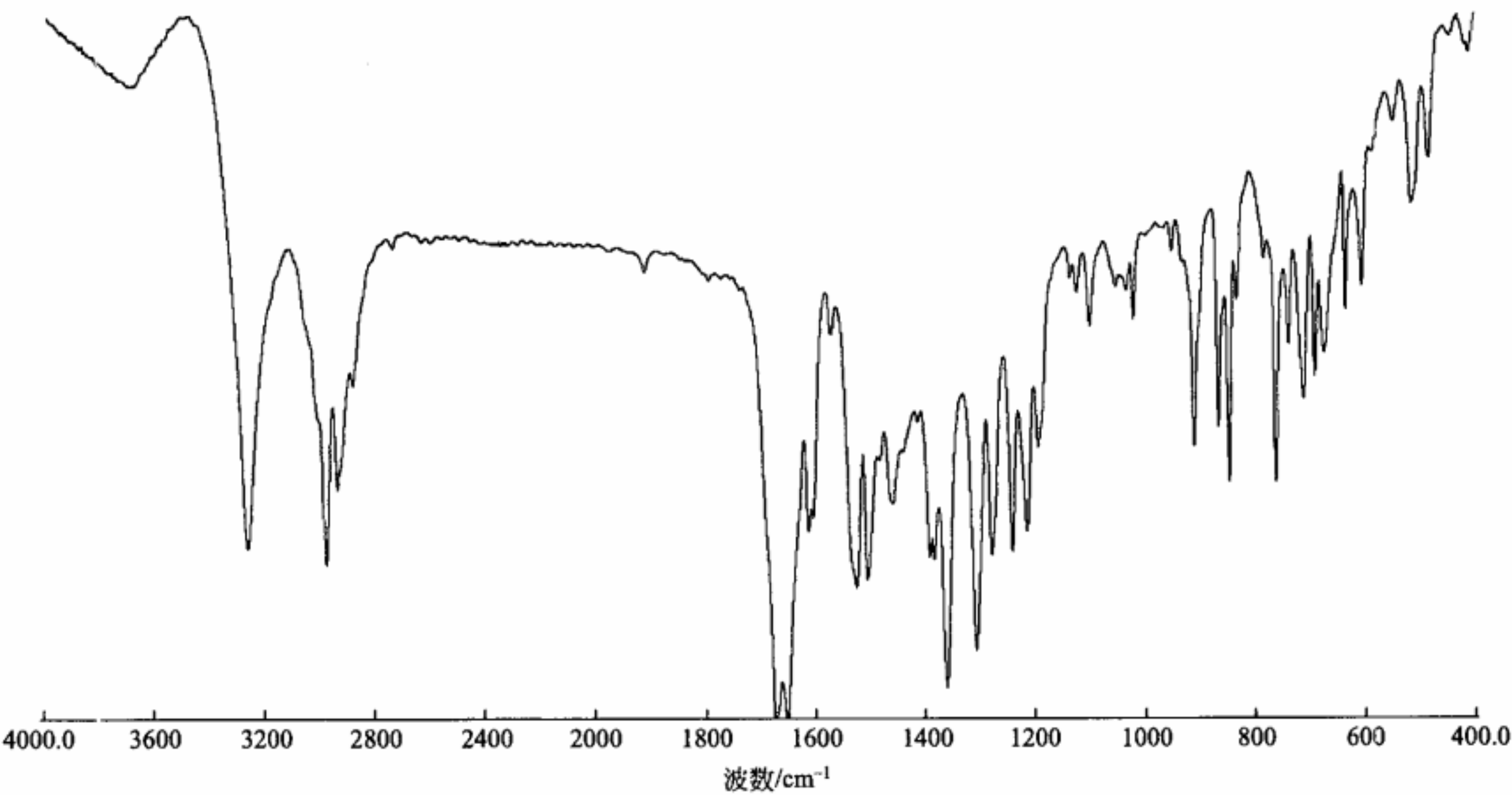


图 1 虫酰肼标样的红外光谱图

4.4 虫酰肼质量分数的测定

4.4.1 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(230 nm),对试样中的虫酰肼进行反相高效液相色谱分离,外标法定量。

4.4.2 试剂和溶液

- 甲醇:色谱纯;
- 水:新蒸二次蒸馏水;
- 虫酰肼标样:已知虫酰肼质量分数,  $w\geq 98.0\%$ 。

4.4.3 仪器

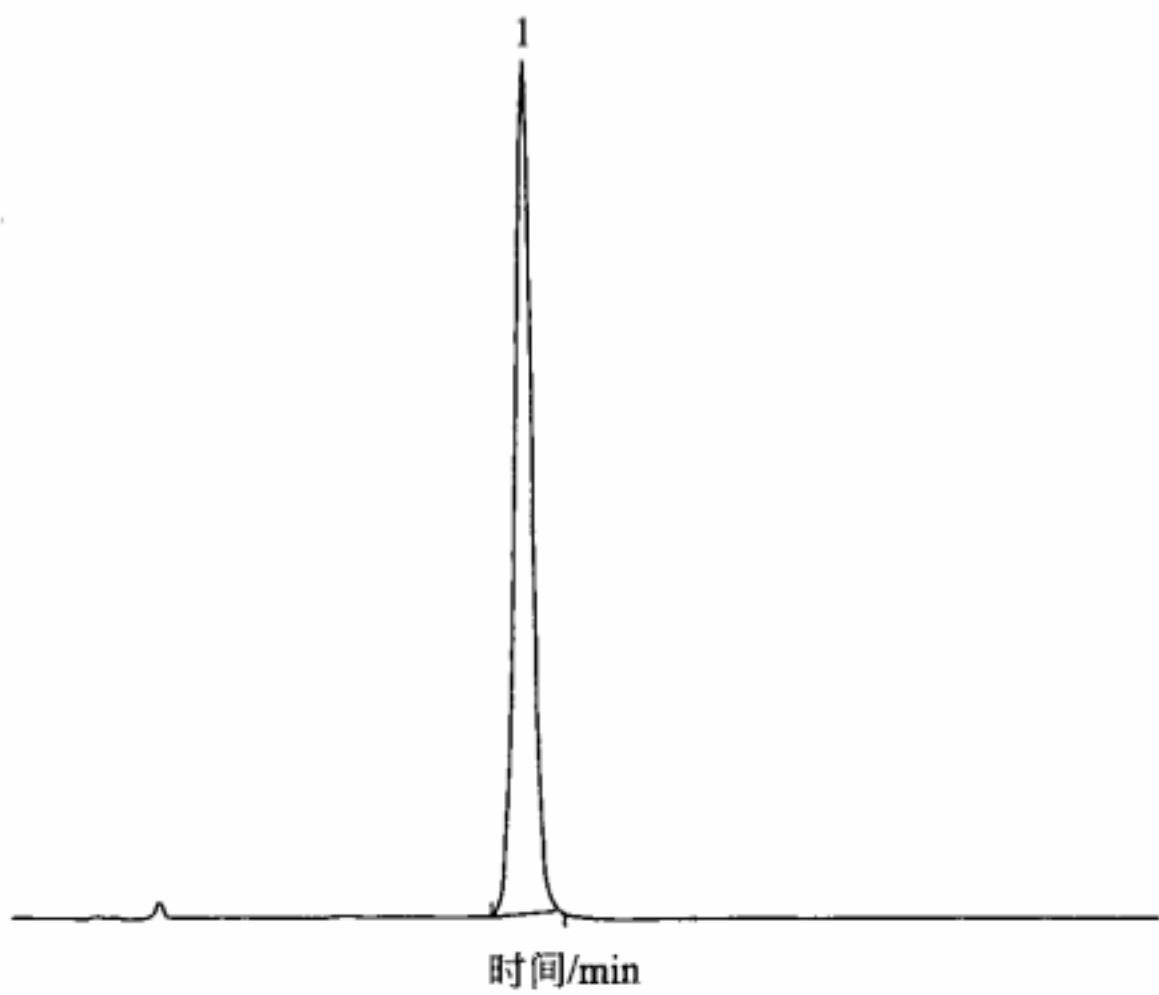
- 高效液相色谱仪:具有紫外可变波长检测器;
- 色谱数据处理机或工作站;
- 色谱柱:150 mm×4.6 mm(i. d.)不锈钢柱,内装  $C_{18}$ 、5  $\mu\text{m}$  填充物;
- 过滤器:滤膜孔径约 0.45  $\mu\text{m}$ ;
- 微量进样器:50  $\mu\text{L}$ ;
- 定量进样管:5  $\mu\text{L}$ ;
- 超声波清洗器。

4.4.4 高效液相色谱操作条件

- 流动相: $\varphi(\text{甲醇}):\varphi(\text{水})=70:30$ ,经滤膜过滤,并进行脱气;
- 流速:1.0 mL/min;

柱温：室温；  
检测波长：230 nm；  
进样体积：5 μL；  
保留时间：虫酰肼约 10.0 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。  
典型的虫酰肼原药高效液相色谱图见图 2。



1——虫酰肼。

图 2 虫酰肼原药的高效液相色谱图

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的制备

称取虫酰肼标样 0.1 g(精确至 0.000 1 g)，置于 50 mL 容量瓶中，加甲醇振摇使之溶解，用甲醇稀释至刻度，摇匀。用移液管吸取 5 mL 上述试液于另一 50 mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的制备

称取含虫酰肼 0.1 g 的试样(精确至 0.000 1 g)，置于 50 mL 容量瓶中，加甲醇振摇使之溶解，用甲醇稀释至刻度，摇匀。用移液管吸取 5 mL 上述试液于另一 50 mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，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，直至相邻两针虫酰肼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虫酰肼峰面积分别进行平均。试样中虫酰肼的质量分数，按式(1)计算：

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

式中：

- $w_1$ ——试样中虫酰肼的质量分数，以 % 表示；
- $A_2$ ——试样溶液中，虫酰肼峰面积的平均值；
- $m_1$ ——标样的质量，单位为克(g)；
- $w$ ——标样中虫酰肼的质量分数，以 % 表示；
- $A_1$ ——标样溶液中，虫酰肼峰面积的平均值；
- $m_2$ ——试样的质量，单位为克(g)。



4.4.5.5 允许差

虫酰肼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。

4.5 N,N-二甲基甲酰胺不溶物的测定

按 GB/T 19138 进行，溶剂采用 N,N-二甲基甲酰胺。

4.6 干燥减量的测定

4.6.1 仪器

烘箱：105℃±2℃；  
称量瓶：内径 70 mm，高 40 mm；  
干燥器。

4.6.2 测定步骤

将称量瓶放入烘箱中烘 1 h，取出置于干燥器内冷却至室温，称量（精确至 0.000 1 g）。重复上述步骤，直至称量瓶恒重为止。在瓶内放置 10 g 试样，铺平，称量（精确至 0.01 g），将称量瓶放入烘箱，不加盖，烘 2 h 后，取出并放入干燥器中冷却至室温，称量（精确至 0.000 1 g）。

4.6.3 计算

试样中干燥减量的质量分数  $w_2$ （%），按式（2）计算：

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- $w_2$ ——试样中干燥减量的质量分数，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 pH 值的测定

按 GB/T 1601 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、验收期

5.1 标志、标签、包装

虫酰肼原药的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定。  
虫酰肼原药包装采用内衬塑料袋的编织袋或纸桶包装，每桶（袋）净重 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。

5.2 贮运

虫酰肼原药包装件应贮存在通风、干燥、低温的库房中。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

虫酰肼为低毒杀虫剂，吞噬和吸入均有毒，使用本品时应穿戴防护用品，施药后应用肥皂洗净，一旦误服，应立即送医院对症治疗。

5.4 验收期

虫酰肼原药验收期为 1 个月。从交货之日起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)

虫酰肼的其他名称、结构式和基本物化参数

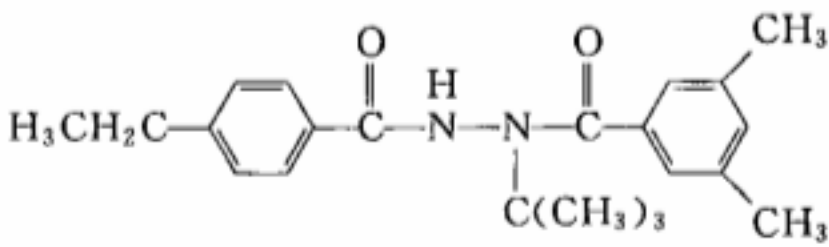
本产品有效成分虫酰肼的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

ISO 通用名称: Tebufenozide

CAS 登记号: 112410-23-8

CIPAC 数字代码: 724

化学名称: 3,5-二甲基苯甲酸-1-(1,1-二甲基乙基)-(4-乙基苯甲酰基)肼  
结构式:



实验式:  $C_{22}H_{28}N_2O_2$

相对分子质量: 352.5

生物活性: 杀虫

熔点: 191 °C

蒸气压(25 °C):  $3.0 \times 10^{-3}$  mPa

溶解度(20 °C, g/L): 水  $0.83 \times 10^{-3}$ ; 易溶于有机溶剂

稳定性: 在 90 °C 下贮存 7 d 稳定, 在 25 °C、pH=7 水溶液光照稳定。天然湖水中  $DT_{50} = 67$  d,  
25 °C 光照  $DT_{50} = 30$  d

---

中 华 人 民 共 和 国  
化 工 行 业 标 准  
虫 酰 肼 原 药

HG/T 4464—2012

出版发行：化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)

化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张 1/2 字数 11 千字

2013 年 4 月北京第 1 版第 1 次印刷

书号：155025·1541

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换

定价：10.00 元

版权所有 违者必究