

ICS 65. 100. 10
G 25
备案号: 53272—2016

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4925—2016

右旋胺菊酯原药

D-tetramethrin technical material

2016-01-15 发布

2016-07-01 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：江苏扬农化工股份有限公司。

本标准参加起草单位：广州立白企业集团有限公司、成都彩虹电器 (集团) 股份有限公司。

本标准主要起草人：陈媛媛、张利萍、柏坤、丁静、陈萍。

右旋胺菊酯原药

1 范围

本标准规定了右旋胺菊酯原药的要求，试验方法以及标志、标签、包装、贮运、安全和验收期。
本标准适用于由右旋胺菊酯及其生产中产生的杂质组成的右旋胺菊酯原药。
注：右旋胺菊酯的其他名称、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 1600 农药水分测定方法
- GB/T 1604 商品农药验收规则
- GB/T 1605 商品农药采样方法
- GB 3796 农药包装通则
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- 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 28135 农药酸（碱）度测定方法 指示剂法

3 要求

3.1 外观

本品应为黄色至黄褐色透明油状液体，无可见的外来物和添加的改性剂。

3.2 技术指标

右旋胺菊酯原药应符合表 1 的要求。

表 1 右旋胺菊酯原药控制项目指标

项 目	指 标
胺菊酯质量分数/%	≥ 94.0
右旋体比例/%	≥ 95.0
顺式体/反式体比例	(20±5)/(80±5)
酸度(以 H ₂ SO ₄ 计)/%	≤ 0.2
水分/%	≤ 0.3
丙酮不溶物 ^a /%	≤ 0.2
^a 正常生产时，丙酮不溶物每 3 个月至少测定一次。	

HG/T 4925—2016

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 规定的三级水。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 修约值比较法进行。

4.2 抽样

按 GB/T 1605 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

正相高效液相色谱法——本鉴别试验可与右旋体比例的测定同时进行。在相同的色谱条件操作下，试样溶液中某色谱峰的保留时间与标样溶液中右旋胺菊酯的保留时间的相对差值应在 1.5 % 以内。

红外光谱法——试样与胺菊酯标样在 $4000\text{ cm}^{-1}\sim 400\text{ cm}^{-1}$ 范围内的红外吸收光谱图应无明显差异。胺菊酯标样的红外光谱图见图 1。

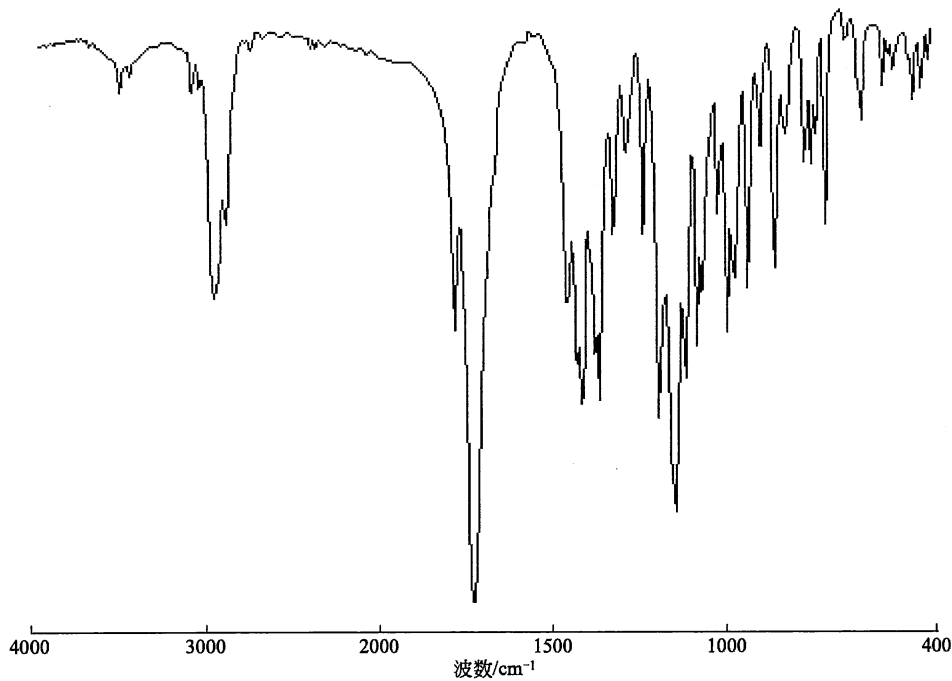


图 1 胺菊酯标样的红外光谱图

4.4 胺菊酯质量分数及顺式体/反式体比例的测定

4.4.1 方法提要

试样用二氯甲烷溶解。以邻苯二甲酸二异辛酯为内标物，使用内壁键合 50 % 甲基和 50 % 三氟丙基的聚硅氧烷石英毛细管柱、分流进样装置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，以内标法定量。

4.4.2 试剂和溶液

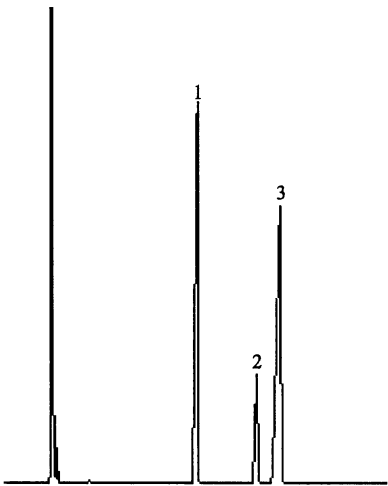
胺菊酯标样：已知质量分数， $w \geq 99.0\%$ 。
邻苯二甲酸二异辛酯：应不含有干扰分析的杂质。
二氯甲烷。
内标溶液：称取 0.5 g（精确至 0.000 1 g）邻苯二甲酸二异辛酯内标物，置于 100 mL 容量瓶中，用二氯甲烷溶解、定容，摇匀。

4.4.3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器。
色谱柱：30 m×0.25 mm (i. d.) 石英毛细柱，内壁键合 50 %甲基和 50 %三氟丙基的聚硅氧烷，膜厚 0.25 μm 。
色谱数据处理机或色谱工作站。
进样系统：具有分流和石英内衬装置。

4.4.4 气相色谱操作条件

温度：柱室 240 $^{\circ}\text{C}$ ，汽化室 250 $^{\circ}\text{C}$ ，检测器室 280 $^{\circ}\text{C}$ ；
气体流速：载气（氮气）1.6 mL/min，氢气 40 mL/min，空气 400 mL/min；
分流比：30 : 1；
进样量：1.0 μL ；
保留时间：顺式胺菊酯约 7.4 min，反式胺菊酯约 8.0 min，内标物约 5.7 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做适当调整，以期获得最佳效果。
典型的右旋胺菊酯原药与内标物的气相色谱图见图 2。



说明：
1——内标物；
2——顺式胺菊酯；
3——反式胺菊酯。

图 2 右旋胺菊酯原药和内标物的气相色谱图

HG/T 4925—2016

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 0.07 g (精确至 0.000 1 g)，置于 15 mL 具塞小瓶中，用移液管加入 10 mL 内标溶液，溶解，摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的制备

称取含胺菊酯 0.07 g (精确至 0.000 1 g) 的试样，置于 15 mL 具塞小瓶中，用与 4.4.5.1 中相同的移液管加入 10 mL 内标溶液，溶解，摇匀。

4.4.5.3 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，直至相邻两针胺菊酯与内标物的峰面积比的相对变化小于 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

4.4.5.4.1 胺菊酯质量分数计算

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的峰面积比分别进行平均。
试样中胺菊酯质量分数，按公式 (1) 计算：

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

式中：

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

4.4.5.4.2 顺式体/反式体比例计算

试样中顺式体/反式体比例 α ，按公式 (2) 计算：

$$\alpha = \frac{\frac{A_1}{A_1 + A_2} \times 100}{\frac{A_2}{A_1 + A_2} \times 100} = \frac{A_1}{A_2} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- α ——试样中胺菊酯顺式体/反式体比例；
- A_1 ——试样溶液中顺式胺菊酯峰面积的平均值；
- A_2 ——试样溶液中反式胺菊酯峰面积的平均值。

4.4.6 允许差

胺菊酯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 右旋体比例的测定

4.5.1 方法提要

试样用流动相溶解。以正己烷+乙醇+二乙胺为流动相，使用 Chiralcel AY-H 为填料的不锈钢手性柱和可变波长紫外检测器（230 nm）对试样中的右旋胺菊酯进行正相高效液相色谱分离和测定，也可使用性能相当的其他手性色谱柱或流动相。

4.5.2 试剂和溶液

正己烷：色谱纯。

乙醇：色谱纯。

二乙胺。

4.5.3 仪器

高效液相色谱仪：具有紫外可变波长检测器。

色谱数据处理机或色谱工作站。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i. d.) 不锈钢柱，内装粒径为 5 μm 的 Chiralcel AY-H 填料。

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm 。

微量进样器：10 μL 。

超声波清洗器。

4.5.4 操作条件

流动相： ϕ (正己烷：乙醇：二乙胺)=930：70：1，经滤膜过滤，并进行脱气；

流速：1.0 mL/min；

柱温：35 $^{\circ}\text{C}$ ；

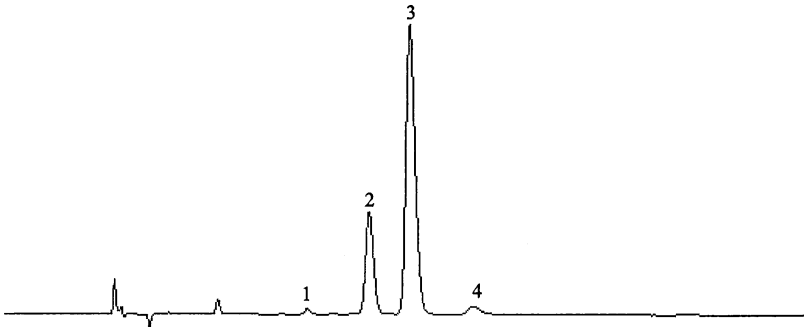
检测波长：230 nm；

进样体积：3 μL ；

保留时间：左旋顺式体约 7.7 min，右旋顺式体约 9.0 min，右旋反式体约 10.0 min，左旋反式体约 11.4 min。

上述操作参数是典型的，可根据不同仪器及色谱柱特点对给定的操作参数做适当调整，以期获得最佳效果。

典型的右旋胺菊酯原药的正相高效液相色谱图见图 3。



说明：
1——左旋顺式体；
2——右旋顺式体；
3——右旋反式体；
4——左旋反式体。

图 3 右旋胺菊酯原药的正相高效液相色谱图

4.5.5 测定步骤

4.5.5.1 试样溶液的制备

称取含右旋胺菊酯 0.025 g（精确至 0.000 1 g）的试样，置于 100 mL 容量瓶中，加流动相稀释，振摇使之溶解完全，加流动相稀释至刻度，摇匀。

4.5.5.2 测定

在上述操作条件下，待仪器稳定后，连续注入上述制备溶液，直至相邻两针右旋胺菊酯右旋体峰面积之和的相对变化小于 1.5 %。

4.5.6 计算

试样中右旋体比例 w_2 ，按公式（3）计算：

$$w_2 = \frac{A_2 + A_3}{A_1 + A_2 + A_3 + A_4} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

- w_2 ——试样中右旋体比例，以 % 表示；
- A_2 ——试样溶液中右旋顺式体峰面积的平均值；
- A_3 ——试样溶液中右旋反式体峰面积的平均值；
- A_1 ——试样溶液中左旋顺式体峰面积的平均值；
- A_4 ——试样溶液中左旋反式体峰面积的平均值。

4.6 酸度的测定

按 GB/T 28135 进行。

4.7 水分的测定

按 GB/T 1600 中卡尔·费休法进行。允许使用精度相当的水分测定仪测定。

4.8 丙酮不溶物的测定

按 GB/T 19138 进行。

4.9 产品的检验与验收

按 GB/T 1604 的规定进行。极限数值的处理采用修约值比较法。

5 标志、标签、包装、贮运、安全和验收期

5.1 标志、标签和包装

右旋胺菊酯原药的标志、标签和包装应符合 GB 3796 的规定。右旋胺菊酯原药采用涂塑铁桶包装，每桶净含量一般为 20 kg 或 50 kg。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

右旋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

右旋胺菊酯为低毒性的拟除虫菊酯类杀虫剂。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，主要是彻底清除毒物和对症治疗。

5.4 验收期

右旋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)

右旋胺菊酯的其他名称、结构式和基本物化参数

本产品有效成分右旋胺菊酯的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

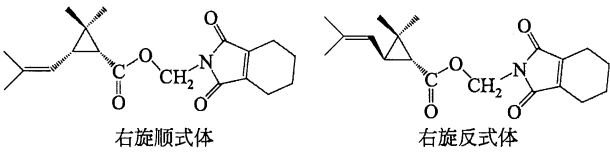
ISO 通用名称：*d*-tetramethrin

CAS 登记号：7696-12-0

化学名称：1-环己烯-1,2-二羧酰亚氨基甲基 (1*R*,3*R*;1*R*,3*S*)-2,2-二甲基-3-(2-甲基-1-丙烯基)

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

生物活性：杀虫

蒸气压 (30 °C)： 9.5×10^{-4} Pa

溶解度：难溶于水，可溶于甲苯、无水乙醇、丙酮、二氯甲烷、己烷等有机溶剂

稳定性：对热稳定，在光照下逐渐分解，与碱和某些乳化剂接触也能分解