

ICS 65.100.10
G 25
备案号: 53284—2016

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4933—2016

茚虫威原药

Indoxacarb 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：沈阳化工研究院有限公司。

本标准参加起草单位：京博农化科技股份有限公司、江苏省南通施壮化工有限公司、江苏长青农化股份有限公司、江苏剑牌农化股份有限公司。

本标准主要起草人：李秀杰、于亮、曹同波、刘建华、吉玉平、刘志勇。

茚虫威原药

1 范围

本标准规定了茚虫威原药的术语和定义，要求，试验方法以及标志、标签、包装、贮运、安全和验收期。

本标准适用于由茚虫威及其生产中产生的杂质组成的茚虫威原药。

注：茚虫威的其他名称、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 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

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

茚虫威混合物 indoxacarb mixture

指茚虫威与（R）-对映体的总和。

4 要求

4.1 外观

浅黄色至类白色固体粉末，无可见的外来物及添加的改性剂。

4.2 技术指标

茚虫威原药还应符合表 1 的要求。

表 1 茚虫威原药控制项目指标

项 目	指 标
茚虫威质量分数/%	≥ 91.0
水分/%	≤ 0.5
pH 值范围	5.0~7.0
二甲基甲酰胺不溶物质量分数 ^a /%	≤ 0.3
^a 正常生产时，二甲基甲酰胺不溶物每 3 个月至少测定一次。	

5 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。

5.1 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 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。

5.2 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。

5.3 鉴别试验

红外光谱法——试样与茚虫威标样在 4 000 cm⁻¹~400 cm⁻¹ 范围的红外吸收光谱图应没有明显区别。茚虫威标样的红外光谱图见图 1。

液相色谱法——本鉴别试验可与茚虫威质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液中两个主色谱峰的保留时间与标样溶液中茚虫威的色谱峰的保留时间的相对差值应在 1.5% 以内。

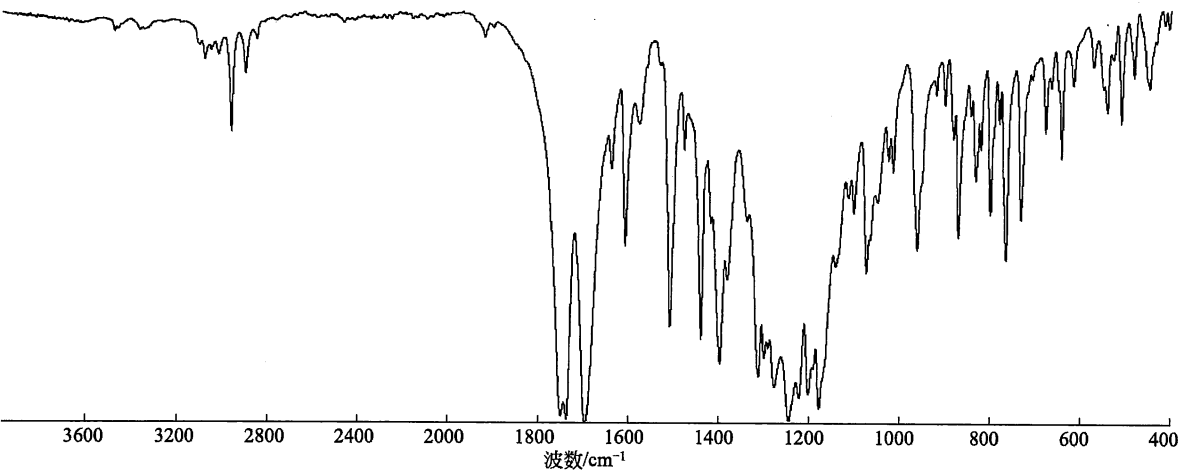


图 1 茚虫威标样的红外光谱图

5.4 茚虫威质量分数的测定

5.4.1 茚虫威混合体质量分数的测定

5.4.1.1 方法提要

试样用乙腈溶解。以乙腈+水为流动相，使用以 Acclaim-C₁₈ 为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长 280 nm 下对试样中的茚虫威混合体进行反相高效液相色谱分离和测定，以外标法定量。

5.4.1.2 试剂和溶液

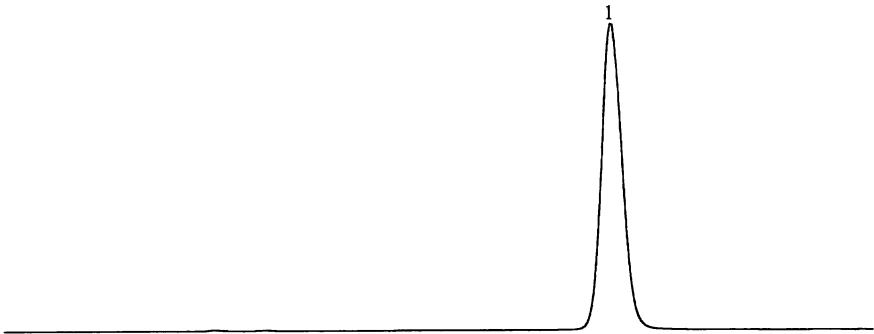
乙腈：色谱纯。
水：新蒸二次蒸馏水。
茚虫威标样：已知茚虫威质量分数， $w \geq 99.0\%$ ，茚虫威 (S) : (R) = 3 : 1。

5.4.1.3 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×4.6 mm (i. d.) 不锈钢柱，内装 5 μ m Acclaim 填充物（或具有同等效果的色谱柱）。
过滤器：滤膜孔径约 0.45 μ m。
微量进样器：50 μ L。
定量进样管：5 μ L。
超声波清洗器。

5.4.1.4 高效液相色谱操作条件

流动相： ϕ (乙腈：水)=75：25，经滤膜过滤，并进行脱气；
流速：1.0 mL/min；
柱温：30 $^{\circ}$ C；
检测波长：280 nm；
进样体积：5 μ L；
保留时间：茚虫威混合体约 5.1 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。
典型的茚虫威原药的高效液相色谱图见图 2。



说明：
1——茚虫威混合体。

图 2 茚虫威原药的高效液相色谱图

HG/T 4933—2016

5.4.1.5 测定步骤

5.4.1.5.1 标样溶液的制备

称取 0.1 g (精确至 0.000 1 g) 茚虫威标样于 50 mL 容量瓶中，加入乙腈定容至刻度，超声波振荡 5 min。冷却至室温，摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 于 50 mL 容量瓶中，用乙腈稀释至刻度，摇匀。

5.4.1.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.1 g (精确至 0.000 1 g) 茚虫威混合体的试样于 50 mL 容量瓶中，加入乙腈定容至刻度，超声波振荡 5 min。冷却至室温，摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 于 50 mL 容量瓶中，用乙腈稀释至刻度，摇匀。

5.4.1.6 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，直至相邻两针茚虫威混合体峰面积相对变化小于 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测定。

5.4.1.7 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茚虫威混合体峰面积分别进行平均。
试样中茚虫威混合体质量分数 w_1 按公式 (1) 计算：

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

- 式中：
- w_1 ——试样中茚虫威混合体质量分数，以 % 表示；
 - A_2 ——两针试样溶液中茚虫威混合体峰面积的平均值；
 - m_1 ——茚虫威标样的质量的数值，单位为克 (g)；
 - w ——标样中茚虫威质量分数，以 % 表示；
 - A_1 ——两针标样溶液中茚虫威混合体峰面积的平均值；
 - m_2 ——试样的质量的数值，单位为克 (g)。

5.4.1.8 允许差

茚虫威混合体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。

5.4.2 茚虫威质量分数的测定

5.4.2.1 方法提要

试样用乙酸乙酯溶解。以正己烷+异丙醇为流动相，使用以 OD-H Chiralcel-OK 为填料的不锈钢柱和紫外检测器 (310 nm) 对试样中的茚虫威进行高效液相色谱分离和测定。

5.4.2.2 试剂和溶液

- 正己烷：色谱纯。
- 异丙醇：色谱纯。
- 茚虫威标样：已知茚虫威质量分数， $w \geq 99.0 \%$ ，茚虫威 (S) : (R) = 3 : 1。

5.4.2.3 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：250 mm×4.6 mm (i. d.) 不锈钢柱，内装 5 μm OD-H Chiralcel-OK 填充物（或具有同等效果的色谱柱）。
过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm。
微量进样器：50 μL。
定量进样管：5 μL。
超声波清洗器。

5.4.2.4 高效液相色谱操作条件

流动相： ϕ (正己烷：异丙醇)=75：25；
流速：1.0 mL/min；
柱温：室温（温差变化应不大于 2℃）；
检测波长：310 nm；
进样体积：5 μL；
保留时间：(R)-茚虫威约 9.6 min，茚虫威约 11.0 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做适当调整，以期获得最佳效果。
典型的茚虫威原药的手性分离高效液相色谱图见图 3。

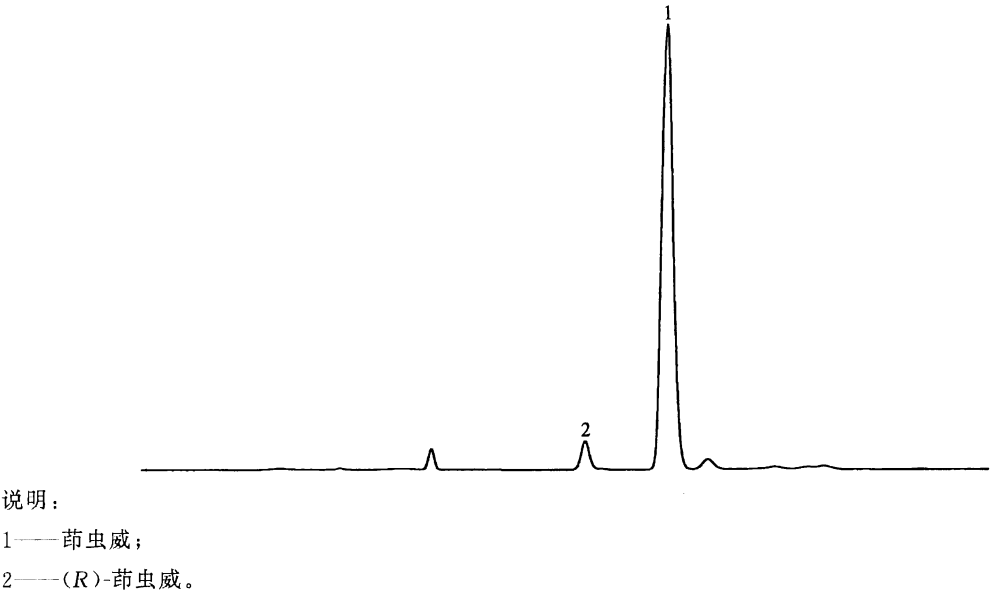


图 3 茚虫威原药的手性分离高效液相色谱图

5.4.2.5 测定步骤

5.4.2.5.1 标样溶液的制备

称取 0.05 g（精确至 0.000 1 g）茚虫威标样，置于 100 mL 容量瓶中，用乙酸乙酯溶解并稀释至刻度，摇匀。

HG/T 4933—2016

5.4.2.5.2 试样溶液的制备

称取含茚虫威 0.05 g（精确至 0.000 1 g）的试样，置于 100 mL 容量瓶中，用乙酸乙酯溶解并稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.4.2.6 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，直至相邻两针茚虫威（R）-对映体、（S）-对映体峰面积的相对变化小于 1.0 %，然后注入两针试样溶液。

5.4.2.7 茚虫威比例的计算

试样中茚虫威比例 K_1 ，按公式（2）计算：

$$K_1 = \frac{A_S}{A_R + A_S} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

A_S ——两针试样溶液中茚虫威峰面积的平均值；

A_R ——两针试样溶液中茚虫威（R）-对映体峰面积的平均值。

5.4.2.8 茚虫威质量分数的计算

试样中茚虫威质量分数 w_2 ，数值以 % 表示，按公式（3）计算：

$$w_2 = w_1 K_1 \dots\dots\dots (3)$$

5.4.3 允许差

茚虫威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。

5.5 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微量水分测定仪。

5.6 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

5.7 二甲基甲酰胺不溶物质量分数的测定

5.7.1 试剂

二甲基甲酰胺。

5.7.2 仪器

- 锥形烧瓶：具塞磨口，250 mL。
- 玻璃砂芯坩埚：G₃。
- 烘箱：110℃±2℃。

5.7.3 测定步骤

称取试样 10 g（精确至 0.01 g），放入 250 mL 锥形瓶中。加入 100 mL 二甲基甲酰胺，超声波振荡 10 min 至所有可溶物溶解。用已恒重的坩埚过滤溶液，再用 60 mL 二甲基甲酰胺分 3 次洗涤锥形

瓶，并抽滤。将坩埚置于烘箱（110℃±2℃）中，干燥 30 min。取出，冷却至室温，称量。

二甲基甲酰胺不溶物质量分数 w_3 按公式（4）计算：

$$w_3 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中：

- w_3 ——二甲基甲酰胺不溶物质量分数，以 % 表示；
- m_1 ——恒重后坩埚与不溶物的质量的数值，单位为克（g）；
- m_0 ——坩埚的质量的数值，单位为克（g）；
- m ——试样的质量的数值，单位为克（g）。

5.7.4 允许差

两次平行测定结果的相对偏差应不大于 30 %，取其算术平均值作为测定结果。

5.8 产品的检验与验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

6 标志、标签、包装、贮运、安全和验收期

6.1 标志、标签和包装

茚虫威原药的标志、标签和包装应符合 GB 3796 的规定。茚虫威原药用衬塑编织袋或纸板桶装，每袋（桶）净重量一般为 25 kg 或 50 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。

6.2 贮运

茚虫威原药包装件应贮存在通风、干燥的库房中。贮运时不得与食物、种子、饲料混放，避免与皮肤、眼睛接触，防止由口、鼻吸入。

6.3 安全

本品属低毒杀虫剂。使用本品时要戴防护镜和胶皮手套，穿必要的防护衣物。施药后应用肥皂和清水冲洗。误服者应立即送医院对症治疗。

6.4 验收期

茚虫威原药的验收期为 1 个月。从交货之日起，在 1 个月内完成产品的质量验收，其各项指标均应符合标准要求。

HG/T 4933—2016

附 录 A
(资料性附录)

茚虫威的其他名称、结构式和基本物化参数

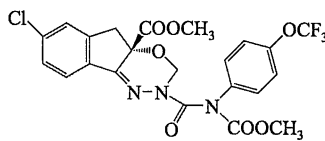
本产品有效成分茚虫威的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

ISO 通用名称: indoxacarb

CAS 登记号: 173584-44-6

化学名称: (S)-7-氯-2,3,4a,5-四氢-2-[甲氧基羰基(4-三氟甲氧基苯基)氨基甲酰基]茚并[1,3,4-]噁二嗪-4a-羧酸甲酯

结构式:



实验式: $C_{22}H_{17}ClF_3N_3O_7$

相对分子质量: 527.8 (按 2001 年国际相对原子质量)

生物活性: 杀虫

熔点 (°C): 88.1

蒸气压 (25 °C, mPa): 2.5×10^{-5}

溶解度 (25 °C, g/L): 水 1.4×10^{-3} , 正辛醇 14.5, 甲醇 103, 乙腈 139, 丙酮 >250

稳定性: DT₅₀ 1 y (pH 5), 22 d (pH 7), 0.3 h (pH 9)