

备案号:7480—2000

HG 3670—2000

前 言

本标准是参考国产吡虫啉原药实际质量和国际农药分析合作理事会(CIPAC)分析方法制定的。

本标准由中华人民共和国原化学工业部技术监督司提出。

本标准由沈阳化工研究院归口。

本标准由全国农药标准化技术委员会秘书处负责解释。

本标准负责起草单位:沈阳化工研究院。

本标准参加起草单位:江苏克胜集团、山东京蓬药业公司。

本标准主要起草人:赵欣昕、邢红、吴重言、葛鹤萍、张毅。

中华人民共和国化工行业标准

吡虫啉原药

HG 3670—2000

Imidacloprid technical

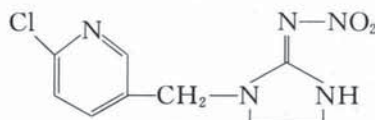
该产品有效成分吡虫啉的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

ISO 通用名称: Imidacloprid

CIPAC 数字代号: 582

化学名称: 1-(6-氯-3-吡啶基甲基)-N-硝基亚咪唑烷-2-基胺

结构式:



实验式: $C_9H_{10}ClN_5O_2$

相对分子质量: 255.7 (按 1997 年国际相对原子质量)

生物活性: 杀虫

熔点: 144°C

蒸气压(20°C): 200 mPa

溶解度(g/L, 20°C): 水中 0.61, 乙腈 50, 苯 0.68, 二氯甲烷 55, 异丙醇 1.2

稳定性: 在正常的贮存条件下及中性和微酸性介质中稳定; 在碱性水介质中缓慢分解

1 范围

本标准规定了吡虫啉原药的要求、试验方法及标志、标签、包装和贮运。

本标准适用于由吡虫啉及其生产中产生的杂质组成的吡虫啉原药。

2 引用标准

下列标准所包含的条文, 通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时, 所示版本均为有效。所有标准都会被修订, 使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 1601—1993 农药 pH 值测定方法

GB/T 1604—1995 商品农药验收规则

GB/T 1605—1979(1989) 商品农药采样方法

GB 3796—1999 农药包装通则

3 要求

3.1 外观: 浅黄至浅褐色固体粉末, 无可见外来杂质。

3.2 吡虫啉原药控制项目指标应符合表 1 要求。

表 1 吡虫啉原药控制项目指标

质量分数(%)

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
吡虫啉含量 $\geq$	98.0	95.0	85.0
干燥减量 $\leq$	0.5	1.0	1.0
酸度(以 H_2SO_4 计) $\leq$	0.5		
或碱度(以 NaOH 计) $\leq$	0.2		
二甲基甲酰胺不溶物含量 $\leq$	0.3	0.5	0.5

注:正常生产情况下,二甲基甲酰胺不溶物每三个月至少检验一次。

4 试验方法

4.1 抽样

按照 GB/T 1605—1979(1989)中“原粉采样”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

高效液相色谱法:本鉴别试验可与吡虫啉含量的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液某一色谱峰的保留时间与标样溶液中吡虫啉色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

红外光谱法:试样与标样在 $4\,000\text{ cm}^{-1}\sim 400\text{ cm}^{-1}$ 波数范围内的红外光谱图,应没有明显差异,见图 1。

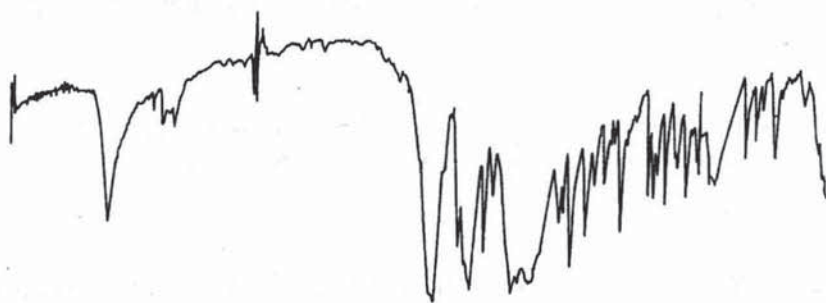


图 1 吡虫啉标准品的红外光谱图

4.3 吡虫啉含量的测定

4.3.1 方法提要

试样用甲醇溶解,以甲醇和水为流动相,使用 Novapak C_{18} 、 $5\text{ }\mu\text{m}$ 为填料的色谱柱和紫外可变波长检测器,对试样中的吡虫啉进行分离和测定。

4.3.2 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。

色谱柱: $3.9\text{ mm}(id)\times 150\text{ mm}$ 不锈钢柱,内装 Novapak C_{18} 、 $5\text{ }\mu\text{m}$ 填充物。

过滤器:滤膜孔径约 $0.45\text{ }\mu\text{m}$ 。

微量进样器: $50\text{ }\mu\text{L}$ 。

4.3.3 试剂和溶液

甲醇:色谱级。

水:新蒸二次蒸馏水。

吡虫啉标样:已知含量,大于等于 98.0%

4.3.4 高效液相色谱操作条件

流动相: ψ (甲醇:水)=40:60。

流动相流量:0.4 mL/min。

柱温:室温(温差变化应不大于 2℃)。

检测波长:260 nm。

进样体积:5 μ L。

保留时间:吡虫啉 5.0 min。

上述操作条件,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。典型的吡虫啉原药高效液相色谱图见图 2。



图 2 吡虫啉原药高效液相色谱图

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液的制备

称取吡虫啉标样 0.1 g(精确至 0.000 2 g),置于 100 mL 容量瓶中,加适量甲醇溶解,在超声波浴槽中振荡 5 min,恢复至室温,定容,摇匀;用移液管移取上述溶液 5 mL 于 50 mL 容量瓶中,用甲醇定容,摇匀。

4.3.5.2 试样溶液的制备

称取含吡虫啉 0.1 g 的试样(精确至 0.000 2 g),置于 100 mL 容量瓶中,加适量甲醇溶解,在超声波浴槽中振荡 5 min,恢复至室温,定容,摇匀;用移液管移取上述溶液 5 mL 于 50 mL 容量瓶中,用甲醇定容,摇匀。

4.3.5.3 测定

在上述操作条件下,待仪器基线稳定后,连续注入数针标样溶液,直至相邻两针吡虫啉峰面积相对

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。

4.3.6 计算

以质量分数表示的试样中吡虫啉的含量 $w_1(\%)$,按式(1)计算:

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

式中: A_1 ——标样溶液中吡虫啉峰面积的平均值;

A_2 ——试样溶液中吡虫啉峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量, g;

m_2 ——试样的质量, g;

w_p ——标样中吡虫啉的质量分数, %。

4.3.7 允许差

两次平行测定结果之差应不大于 1.5%。取其算术平均值作为测定结果。

4.4 干燥减量的测定

4.4.1 仪器、设备

烘箱: $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 。

称量瓶: 内径 50 mm, 高 20 mm。

干燥器。

4.4.2 测定步骤

将称量瓶放入烘箱中 1 h, 取出置于干燥器内冷却至室温, 称量(精确至 0.000 2 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 0.000 2 g), 将称量瓶放入烘箱, 不加盖, 烘 1 h 后, 盖上盖, 取出并放入干燥器中冷却至室温, 称量。

4.4.3 计算

以质量分数表示的试样的干燥减量 $w_2(\%)$, 按式(2)计算:

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

式中: m ——试样的质量, g;

m_1 ——试样和称量瓶烘干前的质量, g;

m_2 ——试样和称量瓶烘干后的质量, g。

4.4.4 允许差

两次平行测定结果之相对偏差应不大于 $\pm 15\%$ 。取其算术平均值作为测定结果。

4.5 酸碱度的测定

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 配制。

盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl}) = 0.02 \text{ mol/L}$, 按 GB/T 601 配制。

溴甲酚绿指示液: 1 g/L 的 20% 乙醇溶液。

丙酮溶液: $\phi(\text{丙酮} : \text{水}) = 90 : 10$ 。

4.5.2 测定步骤

称取 1 g 试样(精确至 0.000 2 g), 置于一个 250 mL 锥形瓶中, 加入 50 mL 丙酮溶液, 振摇使试样溶解, 滴加 5 滴指示液, 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: 用氢氧化钠标准滴定溶液滴定上述溶液至蓝色为终点。

同时做空白测定。

以质量分数表示的试样的酸度 $w_3(\%)$, 按式(3-1)计算:

$$w_3 = \frac{c(V_1 - V_0) \times 0.049}{m} \times 100 \dots\dots\dots (3-1)$$

b) 碱度:用盐酸标准滴定溶液滴定上述溶液至黄色为终点。

同时做空白测定。

以质量分数表示的试样的碱度 w'_3 (%),按式(3-2)计算:

$$w'_3 = \frac{c(V_1 - V_0) \times 0.040}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3-2)$$

式中: c ——氢氧化钠(盐酸)标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V_1 ——滴定试样溶液所消耗氢氧化钠(盐酸)标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 ——滴定空白溶液所消耗氢氧化钠(盐酸)标准滴定溶液的体积, mL;

m ——试样的质量, g;

0.049——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH})=1.000 \text{ mol/L}$]相当的以克表示的硫酸的质量;

0.040——与 1.00 mL 盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl})=1.000 \text{ mol/L}$]相当的以克表示的氢氧化钠的质量。

4.5.3 允许差

两次平行测定结果之相对偏差应不大于 $\pm 15\%$ 。取其算术平均值作为测定结果。

4.6 二甲基甲酰胺不溶物的测定

4.6.1 试剂

二甲基甲酰胺。

4.6.2 仪器

锥形瓶:250 mL。

玻璃砂芯坩埚:G3。

恒温箱: $(110 \pm 2)^\circ\text{C}$ 。

4.6.3 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 60 mL 二甲基甲酰胺,振摇至所有可溶物溶解。用已恒重的坩埚过滤溶液,再用 60 mL 二甲基甲酰胺分三次洗涤锥形瓶,并抽滤。将坩埚置于 110°C 烘箱中干燥 30 min,取出冷至室温,称量。

以质量分数表示的试样中二甲基甲酰胺不溶物含量 w_4 (%),按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中: m_1 ——恒重后坩埚与不溶物的质量, g;

m_0 ——坩埚的质量, g;

m ——试样的质量, g。

4.6.4 允许差

两次平行测定结果之相对偏差应不大于 $\pm 25\%$ 。取其算术平均值作为测定结果。

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、包装和贮运

5.1 吡虫啉原药的标志、标签、包装,应符合 GB 3796 的规定。

5.2 吡虫啉原药应用清洁、干燥、内衬 PVC 的钢桶或纸板桶(用塑料袋封口)包装,每桶净含量 50 kg。

5.3 根据用户要求或订货协议,可以采用其他形式的包装,但需符合 GB 3796 的规定。

5.4 吡虫啉原药包装件应贮存在通风、干燥的库房中。

5.5 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。

5.6 安全：本品为中等毒性的杀虫剂，可通过皮肤渗入，使用本品应带防护手套、口罩，穿干净防护服。使用后，应立即用肥皂和水洗净。如发生中毒现象，应及时去医院对症治疗。

5.7 保证期

在规定的贮运条件下，吡虫啉原药的保证期，从生产日期算起为 2 年。

