



中华人民共和国国家标准

GB/T 34156—2017

吡蚜酮原药

Pymetrozine technical material

2017-09-07 发布

2018-04-01 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/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:沈阳科创化学品有限公司、南通施壮化工有限公司、江苏安邦电化有限公司、江苏克胜集团股份有限公司。

本标准主要起草人:马亚光、邢君、刘建华、姜育田、吴重言、杨闻翰。

吡 蚜 酮 原 药

1 范围

本标准规定了吡蚜酮原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运、安全和验收期。
本标准适用于由吡蚜酮及其生产中产生的杂质组成的吡蚜酮原药。
注：吡蚜酮的其他名称、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 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
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

3 要求

3.1 外观

白色或灰白色粉末。

3.2 技术指标

吡蚜酮原药还应符合表 1 要求。

表 1 吡蚜酮原药控制项目指标

项 目	指 标
吡蚜酮质量分数/%	≥ 97.0
二甲基甲酰胺不溶物 ^a /%	≤ 0.2
干燥减量/%	≤ 1.5
pH 值范围	6.0~9.0
^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。	

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

高效液相色谱法——本鉴别试验可与吡蚜酮质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中主色谱峰的保留时间与标样溶液中吡蚜酮的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

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

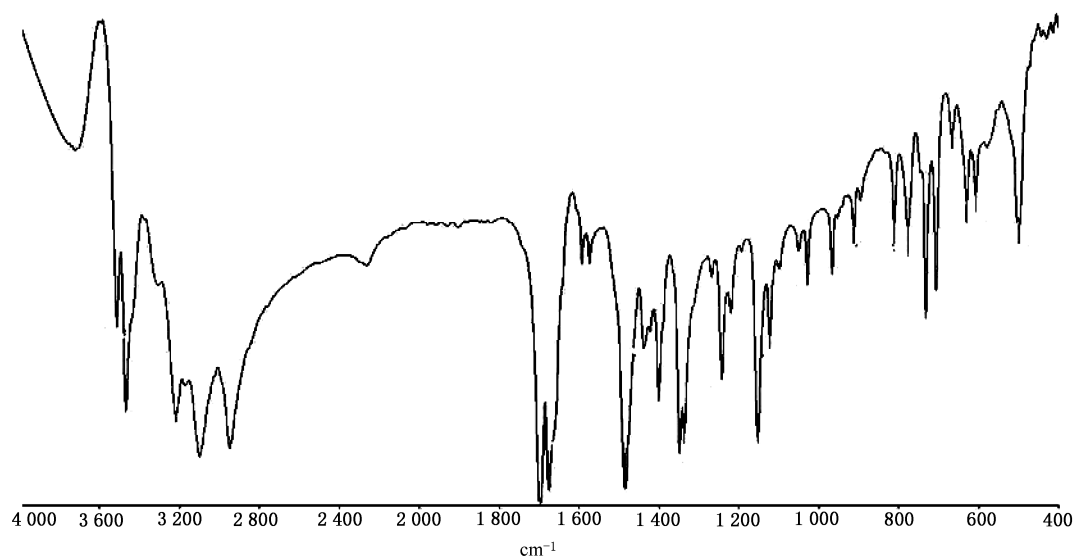


图 1 吡蚜酮标样的红外光谱图

4.4 吡蚜酮质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样用甲醇溶解,以磷酸二氢钾缓冲溶液+乙腈为流动相,使用以 C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器,在波长 250 nm 下,对试样中的吡蚜酮进行反相高效液相色谱分离和测定,外标法定量。

4.4.2 试剂和溶液

乙腈:色谱纯;

磷酸二氢钾;

甲醇:色谱纯;

水:新蒸二次蒸馏水;

吡蚜酮标样:已知质量分数, $w \geq 99.0\%$;

磷酸二氢钾溶液: $\rho = 0.2 \text{ g/L}$ 。

4.4.3 仪器

高效液相色谱仪:具有可变波长紫外检测器;

色谱数据处理机或色谱工作站;

色谱柱:150 mm $\times$ 4.6 mm(i.d.)不锈钢柱,内装 C_{18} 、5 μm 填充物(或具等同效果的色谱柱);

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。

4.4.4 高效液相色谱操作条件

流动相: ϕ (磷酸二氢钾溶液:乙腈)=90:10,经滤膜过滤,并进行脱气;

流速:1.0 mL/min;

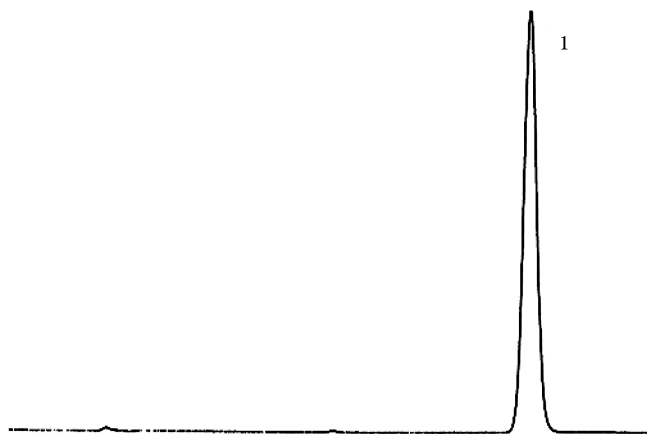
柱温:室温(温差变化应不大于 2 $^{\circ}\text{C}$);

检测波长:250 nm;

进样体积:5 μL ;

保留时间:吡蚜酮约 7.6 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。
典型的吡蚜酮原药高效液相色谱图见图 2。



说明:

1——吡蚜酮。

图 2 吡蚜酮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 0.1 g(精确至 0.000 1 g) 吡蚜酮标样于 50 mL 容量瓶中,加入 45 mL 甲醇振摇使标样溶解,超声波振荡 5 min,冷却至室温,用甲醇定容至刻度,摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 于 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 0.1 g(精确至 0.000 1 g) 吡蚜酮的试样于 50 mL 容量瓶中,加入 45 mL 甲醇振摇使试样溶解,超声波振荡 5 min,冷却至室温,用甲醇定容至刻度,摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 于 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,直至相邻两针吡蚜酮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。

4.4.5.4 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吡蚜酮峰面积分别进行平均。试样中吡蚜酮的质量分数按式(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 ——试样中吡蚜酮的质量分数,以%表示;

A_2 ——试样溶液中,吡蚜酮峰面积的平均值;

m_1 ——吡蚜酮标样的质量,单位为克(g);

w ——吡蚜酮标样的质量分数,以%表示;

A_1 ——标样溶液中,吡蚜酮峰面积的平均值;

m_2 ——试样的质量,单位为克(g)。

4.4.6 允许差

吡蚜酮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 二甲基甲酰胺不溶物的测定

按 GB/T 19138 进行。方法中丙酮改用二甲基甲酰胺。

4.6 干燥减量的测定

4.6.1 仪器

烘箱:105 °C ± 2 °C;

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 5 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 1 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

试样的干燥减量质量分数按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100$$

.....(2)

式中：

w_2 ——试样的干燥减量质量分数，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、安全和验收期

5.1 标志、标签、包装

吡蚜酮原药的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定；吡蚜酮原药应用内衬塑料袋的编织袋包装，每袋净含量 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

吡蚜酮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

吡蚜酮为低毒杀虫剂，使用本品时应穿戴防护用品，使用后应用肥皂清水洗净。如发生中毒现象应立即送医院对症治疗。

5.4 验收期

吡蚜酮原药验收期为 1 个月。从交货之日起，在一个月內完成产品质量验收，其各项指标均应符合标准要求。

附 录 A
(资料性附录)

吡蚜酮的其他名称、结构式和基本物化参数

本产品有效成分吡蚜酮的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

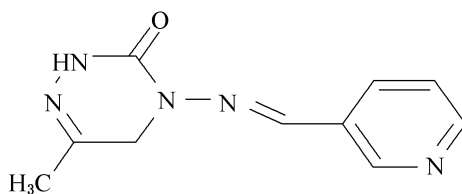
ISO 通用名称:Pymetrozine

CAS 登录号:123312-89-0

CIPAC 数字代号 593

化学名称:(E)-4,5-二氢-6-甲基-4-(3-吡啶基亚甲基氨基)-1,2,4-三嗪-3(2 H)-酮

结构式:



实验式: $C_{10}H_{11}N_5O$

相对分子质量:217.2

生物活性:杀虫

熔点($^{\circ}C$):217

溶解度(25 $^{\circ}C$ g/L):水 0.29,乙醇 2.4,二氯甲烷 1.2,丙酮 0.94,乙酸乙酯 0.26,甲苯 0.034,正辛烷 0.45,正己烷 <0.001

蒸气压(25 $^{\circ}C$): $<4 \times 10^{-6}$ Pa

稳定性:对光、热稳定,弱酸弱碱条件下稳定
