



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 34153—2017

---

## 右旋烯丙菊酯原药

D-allethrin 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:江苏扬农化工股份有限公司。

本标准参加起草单位:中山凯中有限公司、广州立白企业集团有限公司。

本标准主要起草人:刘卫荣、史卫莲、林彬、阮慎、杨作毅。

# 右旋烯丙菊酯原药

## 1 范围

本标准规定了右旋烯丙菊酯原药的要求、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烯丙菊酯及其生产中产生的杂质组成的右旋烯丙菊酯原药。

注：右旋烯丙菊酯的其他名称、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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

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—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(ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

## 3 要求

### 3.1 组成与外观

本品应由右旋烯丙菊酯和相关的生产杂质组成，应为黄棕色透明油状液体。

### 3.2 右旋烯丙菊酯原药控制项目指标

右旋烯丙菊酯原药应符合表 1 要求。

表 1 右旋烯丙菊酯原药控制项目指标

项 目	指 标
烯丙菊酯质量分数/%	$\geq 95.0$
右旋体比例/%	$\geq 95.0$
酸部分顺式异构体/反式异构体	$(20 \pm 5)/(80 \pm 5)$
酸度(以 $H_2SO_4$ 计)/%	$\leq 0.3$
水分/%	$\leq 0.3$

## 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—2008 中规定的三级

水。试验中所用标准滴定溶液,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601 的规定制备和标定。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

下列方法可任选其一。当用一种方法不能确定时,应再使用另一种方法加以确定。

气相色谱法——本鉴别试验可与烯丙菊酯质量分数的测定同时进行。在相同的色谱条件下,试样溶液中某色谱峰的保留时间与标样溶液烯丙菊酯色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

红外光谱法——试样与烯丙菊酯标样在  $4\ 000\ \text{cm}^{-1} \sim 400\ \text{cm}^{-1}$  范围内的红外吸收光谱图应无明显差异。右旋烯丙菊酯标样红外光谱图见图 1。

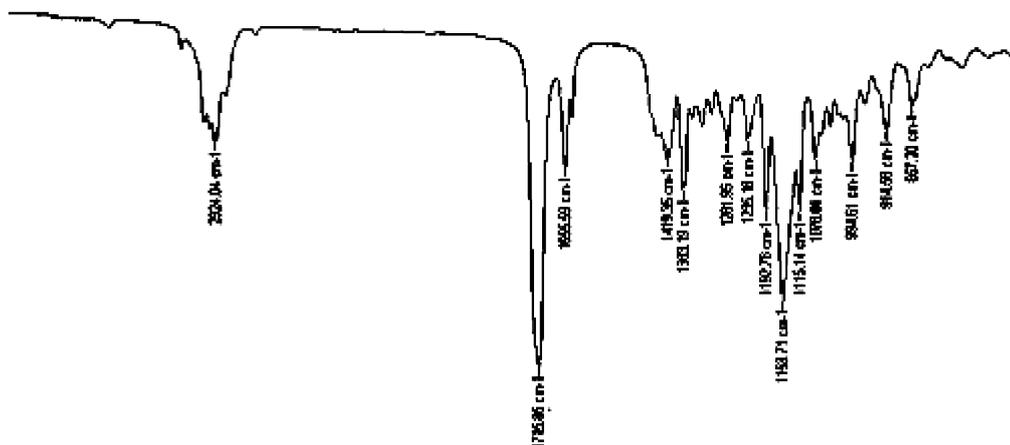


图 1 右旋烯丙菊酯标样的红外光谱图

## 4.4 烯丙菊酯质量分数的测定

### 4.4.1 方法提要

试样用乙酸乙酯溶解,以邻苯二甲酸二正丁酯为内标物,使用  $30\ \text{m} \times 0.32\ \text{mm}$  HP-1 毛细管柱和氢(火)焰离子化检测器,对试样中的烯丙菊酯进行气相色谱分离和测定。

### 4.4.2 试剂和溶液

烯丙菊酯标样:已知烯丙菊酯质量分数,  $w \geq 98.0\%$ ;

邻苯二甲酸二正丁酯;

乙酸乙酯;

内标溶液:称取 0.7 g 的邻苯二甲酸二正丁酯,于 100 mL 的容量瓶中,用乙酸乙酯溶解、定容、摇匀。

### 4.4.3 仪器

气相色谱仪:具氢火焰离子化检测器;

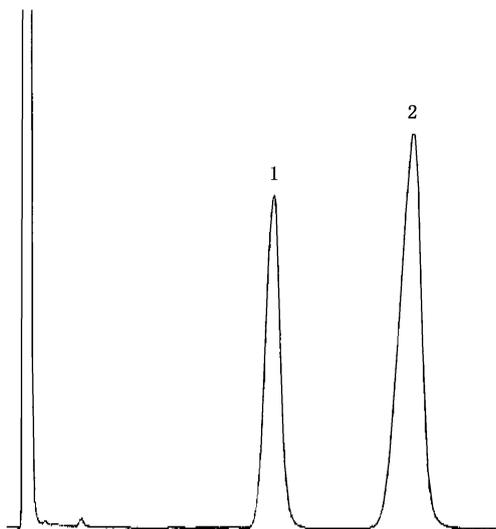
色谱数据处理机或色谱工作站;

色谱柱:30 m×0.32 mm(i.d.)石英毛细柱,内壁涂 HP-1(100%二甲基聚硅氧烷),膜厚 0.25 μm。

#### 4.4.4 色谱操作条件

温度(°C):柱室 200,气化室 250,检测器室 250;  
 气体流速(mL/min):载气(N<sub>2</sub>)1.6,氢气 30,空气 400;  
 分流比:30:1;  
 进样量:0.6 μL;  
 保留时间(min):内标物约 2.9,烯丙菊酯约 4.4。

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。典型的烯丙菊酯原药气相色谱图见图 2。



说明:

1——内标物;  
 2——烯丙菊酯。

图 2 烯丙菊酯原药和内标物的气相色谱图

#### 4.4.5 测定步骤

##### 4.4.5.1 标样溶液的制备

称取烯丙菊酯标样 0.10 g~0.12 g(精确至 0.000 2 g),于 15 mL 清洁、干燥的具塞小瓶中,用移液管准确加入 10 mL 内标溶液,摇匀。

##### 4.4.5.2 试样溶液的制备

称取烯丙菊酯 0.10 g~0.12 g 试样(精确至 0.000 2 g),于 15 mL 清洁、干燥的具塞小瓶中,用与 4.4.5.1 中同一支移液管准确加入 10 mL 内标溶液,摇匀。

##### 4.4.5.3 测定

在上述操作条件下,待仪器基本稳定后,连续注入数针标样,直至相邻两针烯丙菊酯与内标物的峰面积比相对变化不大于 1.2%后,按标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液顺序进行分析测定。

#### 4.4.6 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烯丙菊酯与内标物的峰面积比分别进行平

均;试样中烯丙菊酯的质量分数按式(1)计算:

$$\omega_1 = \frac{r_2 \times m_1 \times \omega}{r_1 \times m_2} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- $\omega_1$ ——试样中烯丙菊酯质量分数,以百分数(%)表示;
- $r_2$ ——试样溶液中烯丙菊酯与内标物峰面积比的平均值;
- $m_1$ ——烯丙菊酯标样的质量,单位为克(g);
- $\omega$ ——烯丙菊酯标样中烯丙菊酯质量分数,以百分数(%)表示;
- $r_1$ ——标样溶液中烯丙菊酯与内标物峰面积比的平均值;
- $m_2$ ——试样的质量,单位为克(g)。

#### 4.4.7 允许差

烯丙菊酯质量分数的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 右旋体比例及顺反比的测定

#### 4.5.1 方法提要

试样经皂化、酸化处理后,使用  $\beta$ DEX—120 涂壁石英毛细管柱、分流进样装置和氢火焰离子化检测器,对上述酸化产物进行分离测定,以此代替烯丙菊酯右旋体比例测定。

#### 4.5.2 试剂和溶液

- 氢氧化钠甲醇溶液: $\omega(\text{NaOH})=10\%$ ;
- 盐酸溶液: $\omega(\text{HCl})=10\%$ ;
- 乙醚。

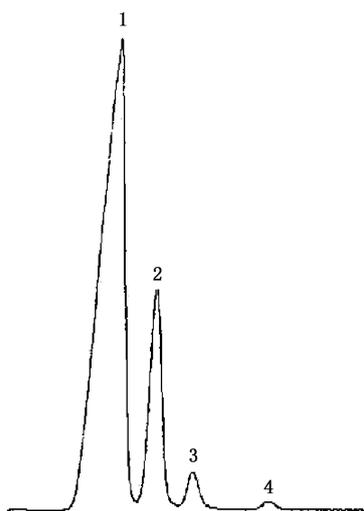
#### 4.5.3 仪器

- 气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器;
- 毛细管色谱柱:30 m $\times$ 0.25 mm(i.d.)熔融石英柱,内壁涂  $\beta$ DEX—120,膜厚 0.2  $\mu\text{m}$ ;
- 进样系统:具有分流和石英内衬装置;
- 梨形瓶:100 mL;
- 分液漏斗:60 mL;
- 球形冷凝器:200 mm。

#### 4.5.4 操作条件

- 温度( $^{\circ}\text{C}$ ):柱温 150,汽化室 250,检测室 250;
- 气体流量(mL/min):载气(He)1.6,氢气 30,空气 400;
- 分流比:30 : 1;
- 进样体积:0.6  $\mu\text{L}$ ;
- 保留时间(min):右旋反式 DE 菊酸约为 9.2,右旋顺式 DE 菊酸约为 9.5,左旋反式 DE 菊酸约为 9.7,左旋顺式 DE 菊酸约为 10.0。

上述操作条件,系典型操作参数。可根据不同仪器特点,对给定操作参数作适当调整,以期获得最佳效果。典型的右旋 DE 菊酸的气相色谱图见图 3。



说明:

- 1——右旋反式 DE 菊酸;  
 2——右旋顺式 DE 菊酸;  
 3——左旋反式 DE 菊酸;  
 4——左旋顺式 DE 菊酸。

图 3 右旋 DE 菊酸气相色谱图

#### 4.5.5 测定步骤

##### 4.5.5.1 样品溶液的制备

称取试样 0.4 g 左右于三角瓶中,加 10 mL 10% 氢氧化钠甲醇溶液于 50 °C ~ 60 °C 水浴中皂化 2 h,加 10 mL 水溶解,用乙醚萃取两次,每次乙醚用量均为 10 mL,取两次下层萃取液合并,再用 10% 盐酸溶液将水层酸化至 pH3~4 后,再用 10 mL 乙醚再萃取一次,取上层右旋 DE 菊酸萃取液,备用。

##### 4.5.5.2 测定

在上述气相色谱操作条件下,待仪器稳定后,注入上述制备溶液,进行分析测定。

#### 4.5.6 计算

右旋体的比例  $w_2$  按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{A_1 + A_2}{A_1 + A_2 + A_3 + A_4} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- $w_2$ ——右旋体的比例,以百分数(%)表示;  
 $A_1$ ——右旋反式 DE 菊酸的峰面积;  
 $A_2$ ——右旋顺式 DE 菊酸的峰面积;  
 $A_3$ ——左旋反式 DE 菊酸的峰面积;  
 $A_4$ ——左旋顺式 DE 菊酸的峰面积。

#### 4.5.7 酸部分顺式异构体/反式异构体的测定

酸部分顺式异构体/反式异构体的测定和酸部分右旋异构体的测定同时进行。

顺式异构体/反式异构体的比例  $\alpha$  按式(3)计算:

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

式中：

- A<sub>1</sub>——右旋反式 DE 菊酸的峰面积；
- A<sub>2</sub>——右旋顺式 DE 菊酸的峰面积；
- A<sub>3</sub>——左旋反式 DE 菊酸的峰面积；
- A<sub>4</sub>——左旋顺式 DE 菊酸的峰面积。

#### 4.6 酸度的测定

##### 4.6.1 试剂和溶液

- 无水乙醇；
- 氢氧化钠标准滴定溶液：*c*(NaOH)=0.01 mol/L；
- 甲基红：1 g/L 乙醇溶液；
- 溴甲酚绿：1 g/L 乙醇溶液；
- 混合指示剂：取 2 mL 甲基红乙醇溶液和 10 mL 溴甲酚绿乙醇溶液，混合均匀。

##### 4.6.2 操作步骤

称取 2 g 右旋烯丙菊酯试样(精确至 0.000 2 g)，置于 250 mL 锥形瓶中，加入无水乙醇溶液 50 mL，摇动使试样溶解；加入 6 滴混合指示液，用 0.01 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液滴定，溶液由红色变为绿色为终点；同时作空白测定。

##### 4.6.3 计算

试样的酸度  $\omega_3$  (以 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 计)，按式(4)计算：

$$\omega_3 = \frac{c \times (V_1 - V_0) \times M}{1\ 000m} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中：

- $\omega_3$ ——试样的酸度质量分数，以百分数(%)表示；
- c*——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；
- V<sub>1</sub>——滴定试样溶液，消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；
- V<sub>0</sub>——滴定空白溶液，消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；
- M*——硫酸的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)， $[M(\frac{1}{2}H_2SO_4) = 49.04]$ ；
- m*——试样的质量，单位克(g)。

#### 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 产品的检验与验收

按 GB/T 1604 有关规定进行。

### 5 标志、标签、包装、贮运、安全和验收期

#### 5.1 标志、标签、包装

右旋烯丙菊酯原药的标志、标签及包装应符合 GB 3796 中的有关规定，右旋烯丙菊酯原药的包装

采用涂塑铁桶包装,每桶净含量一般为 20 kg 或 50 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

右旋烯丙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

右旋烯丙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

右旋烯丙菊酯原药验收期为 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)

右旋烯丙菊酯的其他名称、结构式和基本物化参数

右旋烯丙菊酯的化学名称、通用名称、结构式及基本物化参数如下：

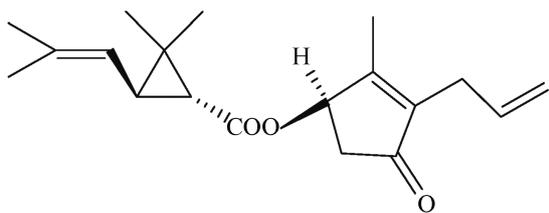
ISO 通用名称：d-allethrin

CIPAC 数字代码：742

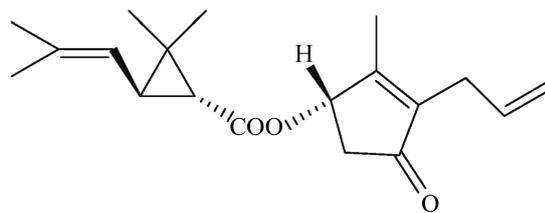
CAS 登录号：584-79-2

化学名称：(RS)-3-烯丙基-2-甲基-4-氧代环戊-2-烯基(1R,3R;1R,3S)-2,2-二甲基-3-(2-甲基丙-1-烯基)环丙烷羧酸酯

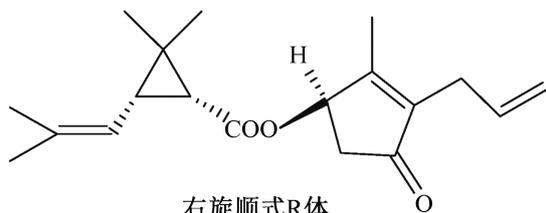
结构式：



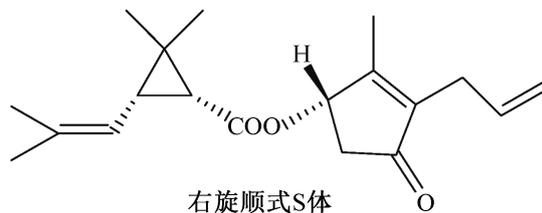
右旋反式R体



右旋反式S体



右旋顺式R体



右旋顺式S体

实验式： $C_{19}H_{26}O_3$

相对分子质量：302.41(按 2007 年国际相对原子质量计)

生物活性：杀虫剂

蒸气压(21.6 °C)： $1.65 \times 10^{-4}$  Pa

溶解度：不溶于水，能溶于丙酮、二甲苯、氯仿、乙醇等多种有机溶剂中

稳定性：在中性、弱酸性下稳定，碱性条件下易分解失效，在日光照射下不稳定