

ICS 65.100.10
G 25



中华人民共和国国家标准

GB 22619—2008

联苯菊酯原药

Bifenthrin technical

2008-12-17 发布

2009-06-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准的第3章、第5章是强制性的,其余是推荐性的。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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。

本标准参加起草单位:江苏皇马农化有限公司、江苏天容集团股份有限公司、青岛奥迪斯生物科技有限公司。

本标准主要起草人:梅宝贵、邢红、吴建新、王强、宦建军、周道煌。

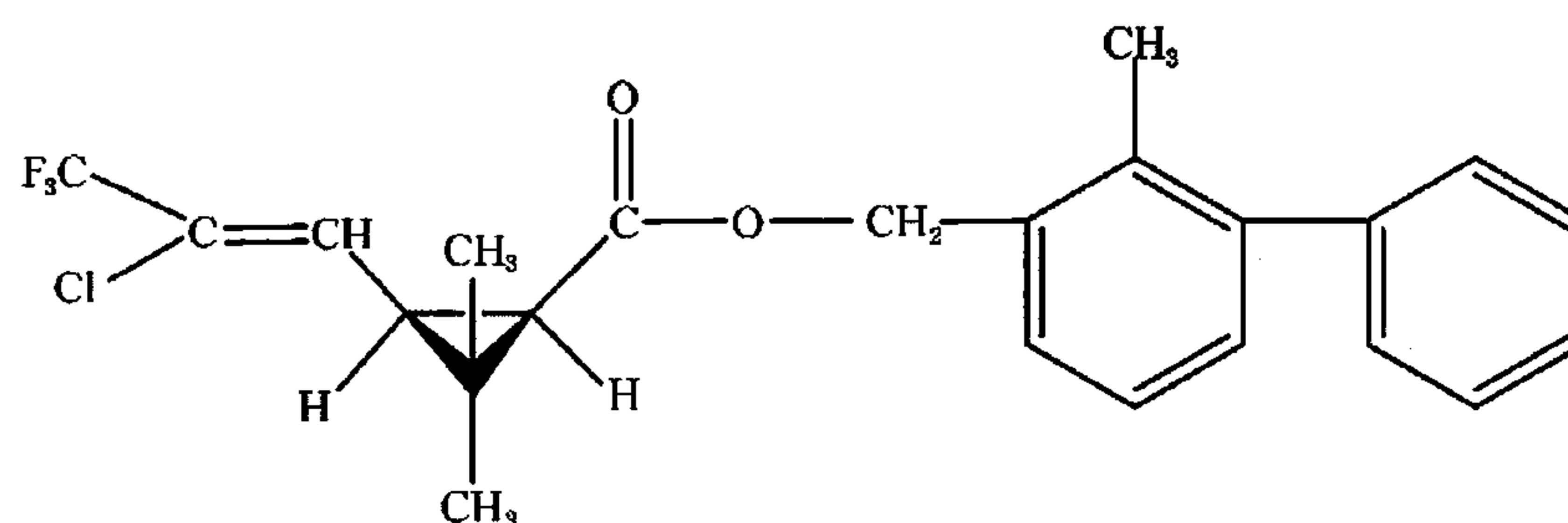
联苯菊酯原药

该产品有效成分联苯菊酯的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

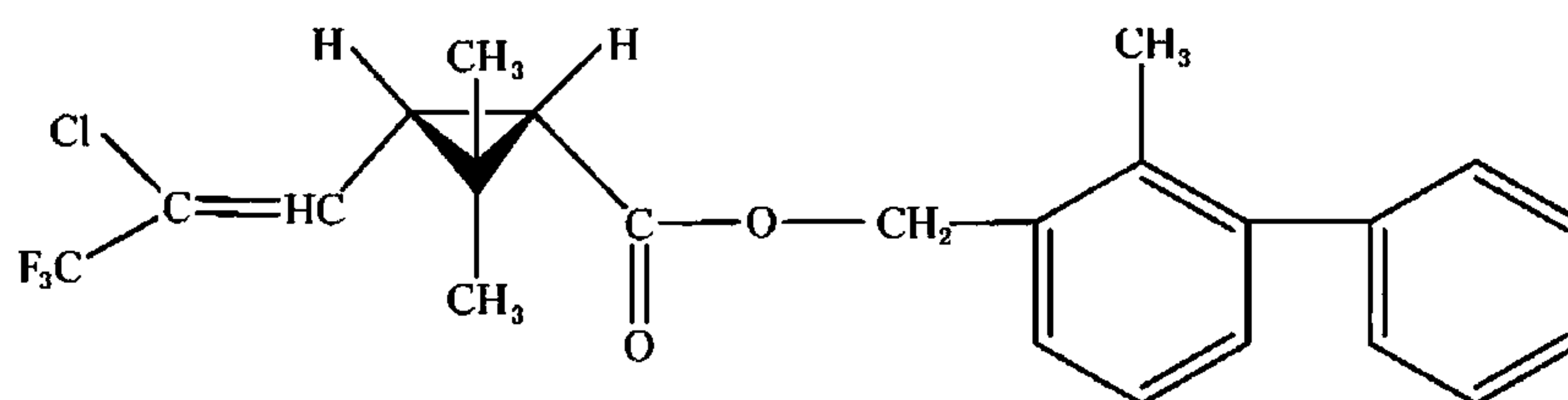
ISO 通用名称：Bifenthrin

化学名称：2-甲基联苯基-3-基甲基(Z)-(1R)-顺-3-(2-氯-3,3,3-三氟丙-1-烯基)-2,2-二甲基环丙烷羧酸酯

结构式：联苯菊酯由一对对映异构体组成，为外消旋的混合物。



(Z)-(1R)-顺式-联苯菊酯



(Z)-(1S)-顺式-联苯菊酯

实验式： $C_{23}H_{22}ClF_3O_2$

相对分子质量：422.9(按 2007 国际相对原子质量计)

生物活性：杀虫

熔点： $68\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 70.6\text{ }^{\circ}\text{C}$

蒸气压($25\text{ }^{\circ}\text{C}$)： $24\text{ }\mu\text{Pa}$

溶解度($20\text{ }^{\circ}\text{C}$,g/L)：水 1×10^{-4} 、丙酮 1 250、庚烷 89，溶于三氯甲烷、二氯甲烷、乙醚、甲苯，微溶于甲醇

稳定性：在 $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 可稳定 1 年以上；在 $\text{pH}5\sim 9$ 、 $21\text{ }^{\circ}\text{C}$ 条件下，可稳定 21 d；在自然光照射下， $\text{DT}_{50}=255\text{ d}$ ；土壤中 $\text{DT}_{50}=65\text{ d}\sim 125\text{ d}$

1 范围

本标准规定了联苯菊酯原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由联苯菊酯和生产中产生的杂质组成的联苯菊酯原药。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

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 19138 农药丙酮不溶物测定方法

3 要求

3.1 外观:

白色至淡黄色固体。

3.2 技术指标

联苯菊酯原药还应符合表 1 要求。

表 1 联苯菊酯原药质量控制项目指标

项 目	指 标
联苯菊酯质量分数/%	≥ 96.0
水分质量分数/%	≤ 1.0
丙酮不溶物质量分数 ^a /%	≤ 0.3
酸度(以 H ₂ SO ₄ 计)/%	≤ 0.3

^a 正常情况下,丙酮不溶物每 3 个月至少测定一次。

4 试验方法

4.1 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。

4.2 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。

红外光谱法——试样与联苯菊酯标样在 4 000 cm⁻¹~400 cm⁻¹范围内的红外吸收光谱图应没有明显区别。联苯菊酯标样红外光谱图见图 1。

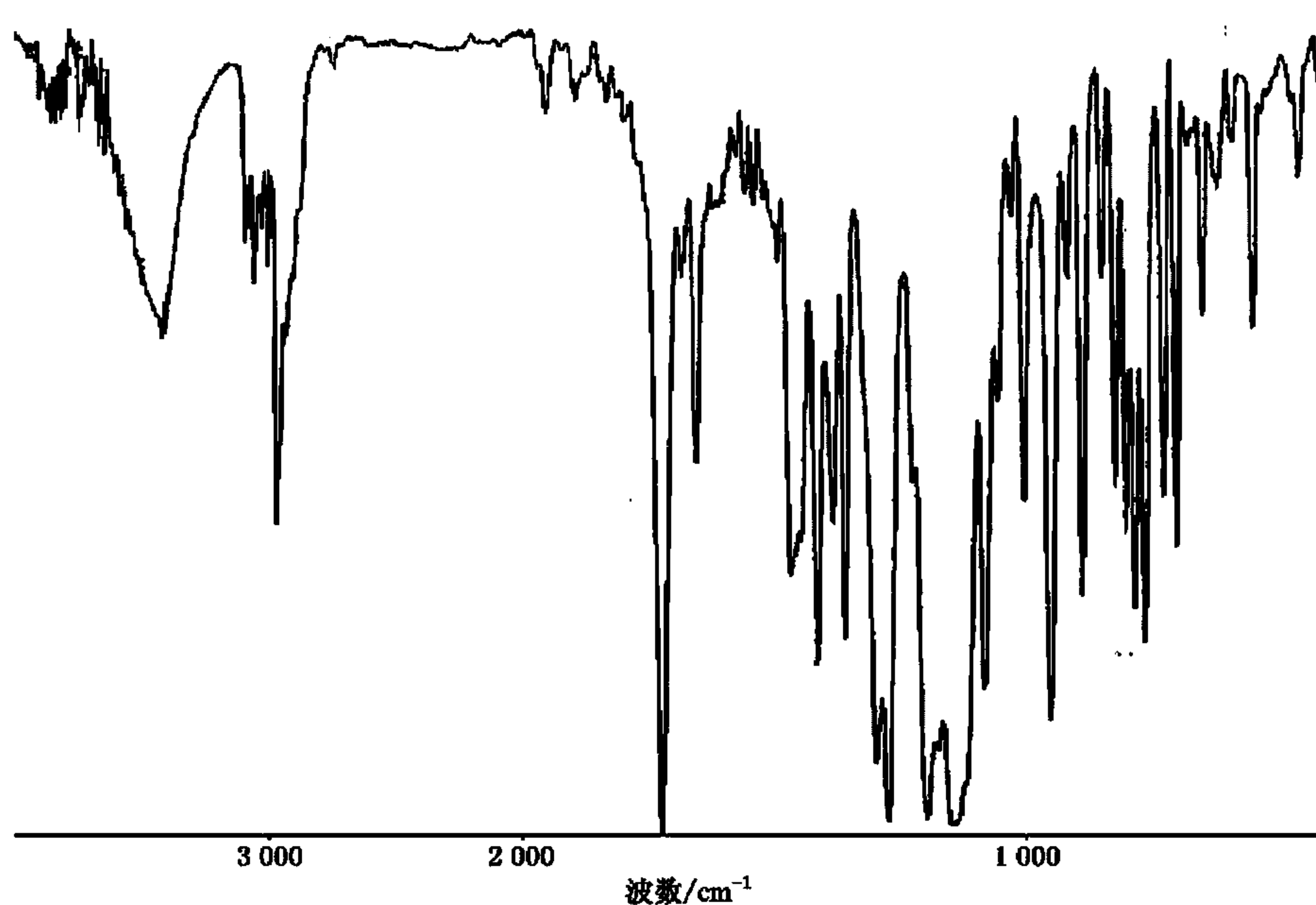


图 1 联苯菊酯标样的红外光谱图

气相色谱法——本鉴别试验可与联苯菊酯质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液中某个色谱峰的保留时间与标样溶液中联苯菊酯的色谱峰的保留时间，其相对差值应在1.5%以内。

4.3 联苯菊酯质量分数的测定

4.3.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解，以邻苯二甲酸二正戊酯为内标物，使用 HP-1701 键合的石英毛细管柱，分流进样装置和氢火焰离子化检测器，对试样中的联苯菊酯进行毛细管气相色谱分离和测定。

4.3.2 试剂和溶液

三氯甲烷；

联苯菊酯标样：已知质量分数 $w \geq 99.0\%$ ；

邻苯二甲酸二正戊酯：应不含有干扰分析的杂质；

内标溶液：称取 8.0 g 的邻苯二甲酸二正戊酯，置于 1 000 mL 的容量瓶中，用三氯甲烷溶解、定容、摇匀。

4.3.3 仪器

气相色谱仪：具氢火焰离子化检测器；

色谱柱：30 m×0.32 mm(i. d.)石英毛细柱，内壁键合 HP-1701，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。

4.3.4 气相色谱操作条件

温度($^{\circ}\text{C}$)：柱室 200、气化室 260、检测室 280；

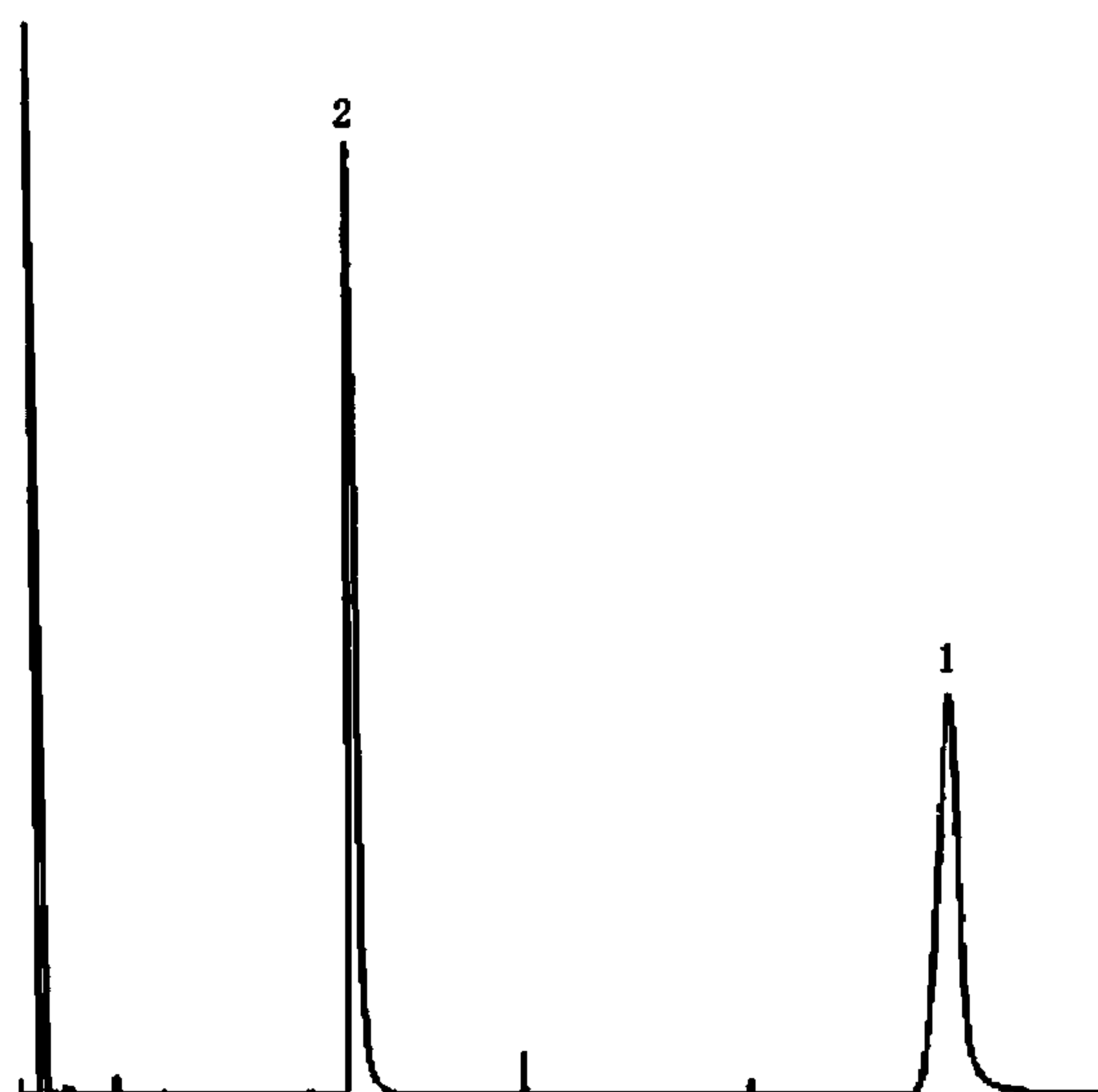
气体流量(mL/min)：载气(N_2)4.0、补偿气：25、氢气 40、空气 300；

分流比：15 : 1；

进样体积：1.0 μL ；

保留时间：联苯菊酯：约 22.5 min，内标物：约 8.4 min。

上述气相色谱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。典型的联苯菊酯原药与内标物的气相色谱图见图 2。



1——联苯菊酯；

2——内标物。

图 2 联苯菊酯原药与内标物的气相色谱图

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液的配制

称取联苯菊酯标样 0.1 g(精确至 0.000 2 g),置于 15 mL 具塞小瓶中,用移液管加入 10 mL 内标溶液,摇匀。

4.3.5.2 试样溶液的配制

称取含联苯菊酯 0.1 g(精确至 0.000 2 g)的试样,置于 15 mL 具塞小瓶中,用与 4.3.5.1 中相同的移液管加入 10 mL 内标溶液,摇匀。

4.3.5.3 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,直至相邻两针联苯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分析测定。

4.3.6 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联苯菊酯与内标物的峰面积比分别进行平均。试样中联苯菊酯质量分数 w_1 (%)按式(1)计算:

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

式中:

r_1 ——标样溶液中联苯菊酯与内标物峰面积比的平均值;

r_2 ——试样溶液中联苯菊酯与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——标样的质量,单位为克(g);

m_2 ——试样的质量,单位为克(g);

w ——标样中联苯菊酯的质量分数,以%表示。

4.3.7 允许差

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。

4.4 水分的测定

按 GB/T 1600 中的“共沸法”进行。

4.5 丙酮不溶物的测定

按 GB/T 19138 进行。

4.6 酸度的测定

4.6.1 方法提要

试样溶于乙醇中,使用混合指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定溶液至亮绿色。

4.6.2 试剂和溶液

95%乙醇;

氢氧化钠标准滴定溶液 $c(\text{NaOH})=0.02 \text{ mol/L}$,按 GB/T 601 配制和标定;

甲基红乙醇溶液: $\rho(\text{甲基红})=1 \text{ g/L}$;

溴甲酚绿乙醇溶液: $\rho(\text{溴甲酚绿})=1 \text{ g/L}$;

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。

4.6.3 测定步骤

称取试样 2 g(精确至 0.002 g),置于一个 250 mL 锥形瓶中,加入 95%乙醇 50 mL,摇动使试样溶解。加入 6 滴混合指示剂,用 0.02 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液滴定,溶液由红色变为亮绿色即为终点。同时做空白测定。

4.6.4 计算

试样的酸度 w_2 (%)按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{c \times M \times (V_1 - V_0)}{1\,000 \times m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——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_0 ——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 ——试样的质量,单位为克(g);

M ——硫酸的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(1/2H_2SO_4) = 49$]。

4.7 产品的检验与验收

产品的检验与验收应符合 GB/T 1604 的规定。极限数值的处理采用修约值比较法。

5 标志、标签、包装、贮运

5.1 联苯菊酯原药的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定。

5.2 联苯菊酯原药应用内衬塑料袋的纸板桶包装或塑料编织袋包装,每桶(袋)净重 25 kg 或 50 kg。

5.3 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。

5.4 联苯菊酯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:本品属毒性较高的拟除虫菊酯农药,吞噬和吸入均有毒,可经皮肤渗入。使用本品时要戴护镜和胶皮手套以及其他必要的防护衣物。如皮肤、眼睛不慎沾上本品,应立即用肥皂和大量清水冲洗。万一误服,应立即送医院急救。

5.7 验收期:联苯菊酯原药的验收期为 1 个月。从交货之日起于 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。