

ICS 65.100.10
G 25



中华人民共和国国家标准

GB 24756—2009

噻嗪酮原药

Buprofezin technical

2009-11-30 发布

2010-07-01 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。

本标准自实施之日起, HG 2463.1—1993《噻嗪酮原药》废止。

本标准的附录A为资料性附录。

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:江苏安邦电化有限公司、江苏常隆化工有限公司、上海悦联化工有限公司、江苏龙灯化学有限公司。

本标准主要起草人:张丕龙、咎艳坤、姜育田、芮燕春、虞祥发、冯秀珍、李茂青。

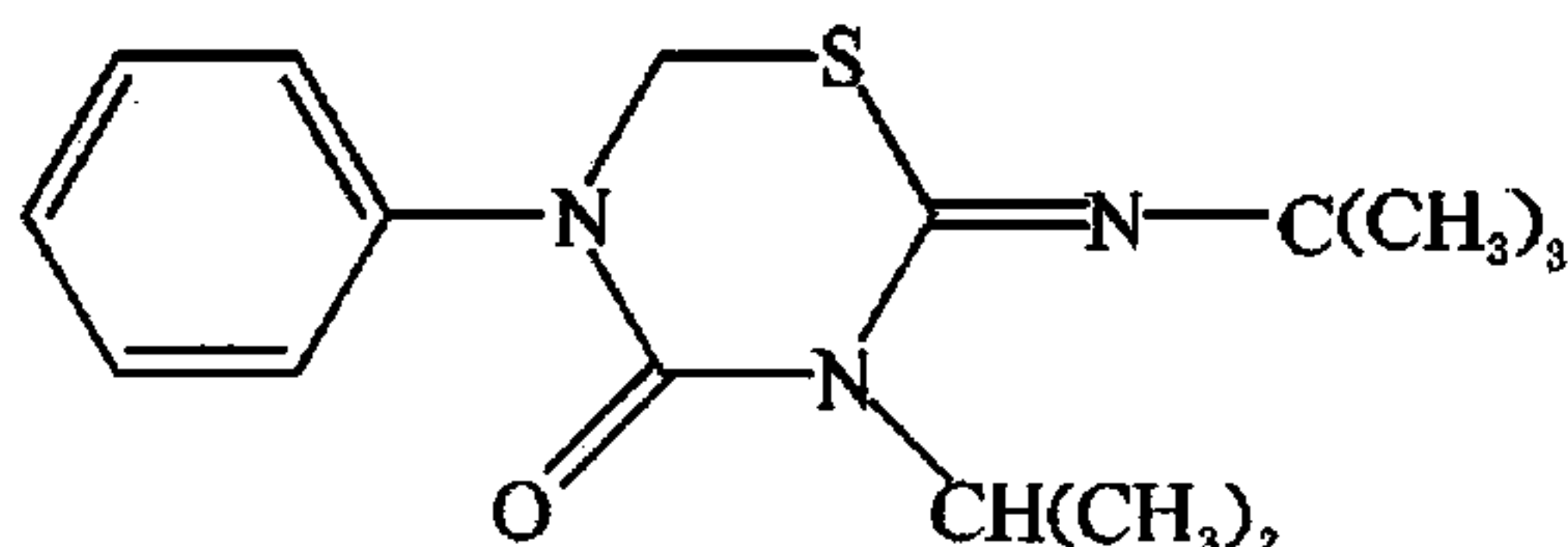
噻嗪酮原药

该产品有效成分 噻嗪酮的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO 通用名称：buprofezin

化学名称：2-特-丁基亚氨基-3-异丙基-5-苯基-1,3,5-噻二嗪-4-酮

结构式：



实验式： $C_{16}H_{23}N_3OS$

相对分子质量：305.4(按 2005 年国际相对原子质量计)

生物活性：杀虫

熔点：104.5 °C ~ 105.5 °C

蒸气压(25 °C)：1.25 mPa

密度(20 °C)：1.18

溶解度(25 °C, g/L)：水中 0.9 mg/L(20 °C)，三氯甲烷 520、苯 370、甲苯 320、丙酮 240、乙醇 80、正己烷 20

稳定性：对酸或碱稳定，对光或热稳定

1 范围

本标准规定了噻嗪酮原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由噻嗪酮和生产中产生的杂质组成的噻嗪酮原药。

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 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

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：应为淡黄色或灰白色至白色结晶粉末，无可见的外来物。

3.2 噻嗪酮原药应符合表 1 要求。

表 1 噻嗪酮原药质量控制项目指标

项 目		指 标
噻嗪酮质量分数/%	≥	97.0
干燥减量/%	≤	0.3
酸度(以 H ₂ SO ₄ 计)或碱度(以 NaOH 计)/%	≤	0.1
丙酮不溶物 ^a /%	≤	0.2

^a 丙酮不溶物在正常生产情况下,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

红外光谱法——试样与标样在 4 000 cm⁻¹~400 cm⁻¹ 范围内的红外吸收光谱图应无明显差异。噻嗪酮标样的红外光谱图见图 1。

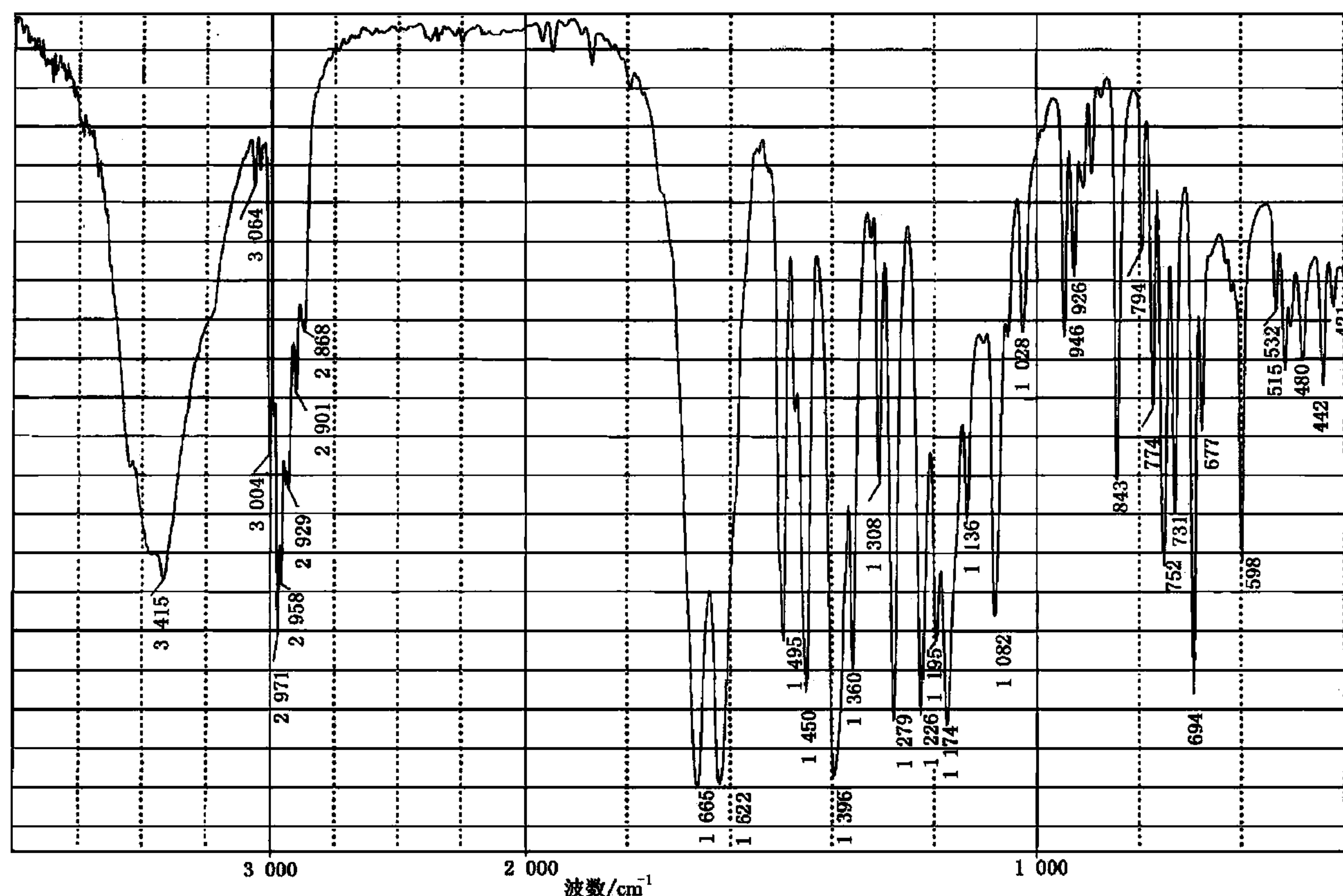


图 1 噻嗪酮标样的红外光谱图

气相色谱法——本鉴别试验可与噻嗪酮含量的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中某色谱峰的保留时间与标样溶液中噻嗪酮的色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

4.3 噻嗪酮质量分数的测定

4.3.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解,以邻苯二甲酸二环己酯为内标物,使用 5%HP-5 涂壁的毛细管色谱柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的噻嗪酮进行气相色谱分离和测定。也可使用填充柱气相色谱法,色谱条

件参见附录 A。

4.3.2 试剂和溶液

三氯甲烷；

噻嗪酮标样：已知质量分数， $w \geq 98.0\%$ ；

邻苯二甲酸二环己酯：不应含有干扰分析的杂质；

内标溶液：称取 4.0 g 的邻苯二甲酸二环己酯，置于 500 mL 容量瓶中，用三氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀。

4.3.3 仪器

气相色谱仪：具有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.) 毛细管柱，内壁涂 HP-5 (5% 二苯基 + 95% 二甲基聚硅酮)，膜厚 0.25 μm；

微量进样器：10 μL。

4.3.4 气相色谱操作条件

温度(°C)：柱温 230，气化室 270，检测器室 280；

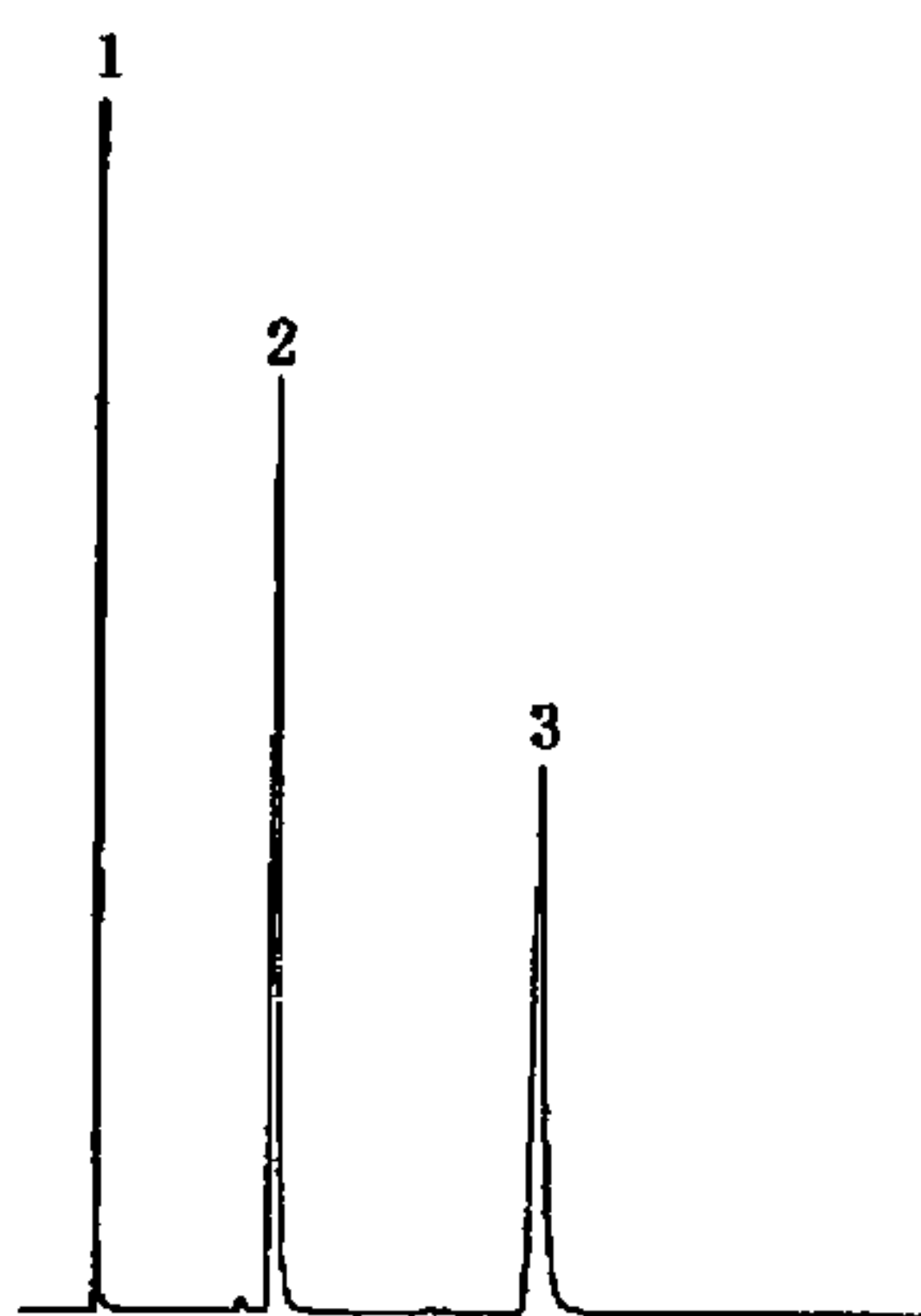
气体流量(mL/min)：载气(N₂)2.0、氢气 30、空气 300、补偿气(N₂)25；

分流比：20 : 1；

进样量(μL)：1.0；

保留时间(min)：噻嗪酮 3.8，内标物 7.0。

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。典型的噻嗪酮原药的毛细管柱气相色谱图见图 2。



1——溶剂；

2——噻嗪酮；

3——内标物(邻苯二甲酸二环己酯)。

图 2 噻嗪酮原药与内标物的毛细管柱气相色谱图

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液的配制

称取噻嗪酮标样 0.08 g (精确至 0.000 2 g) 于 15 mL 具塞玻璃瓶中，用移液管准确加入 10 mL 内标溶液，摇匀。

4.3.5.2 试样溶液的配制

称取含噻嗪酮 0.08 g (精确至 0.000 2 g) 的试样于 15 mL 具塞玻璃瓶中，用与 4.3.5.1 同一支移液管准确加入 10 mL 内标溶液，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，直至相邻两针噻嗪酮与内标物峰

面积比的变化小于 1.2% 时,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

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中噻嗪酮与内标物峰面积比分别进行平均。试样中噻嗪酮的质量分数 w_1 (%)按式(1)计算:

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

式中:

r_1 ——标样溶液中,噻嗪酮与内标物峰面积比的平均值;

r_2 ——试样溶液中,噻嗪酮与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——噻嗪酮标样的质量,单位为克(g);

m_2 ——试样的质量,单位为克(g);

w ——标样中噻嗪酮的质量分数,以%表示。

4.3.7 允许差

噻嗪酮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。

4.4 干燥减量的测定

4.4.1 仪器

称量瓶:内径 50 mm,高 20 mm;

烘箱:100 ℃±2 ℃;

干燥器。

4.4.2 测定步骤

将称量瓶放入 100 ℃±2 ℃的烘箱中烘 30 min,然后放入干燥器中冷却至室温称量(精确至 0.000 2 g)。在称量瓶中称入 10 g 试样(铺平称量,精确至 0.000 2 g)。将称量瓶放入烘箱中,不加盖在 100 ℃±2 ℃下烘 1.5 h,取出放入干燥器内冷却至室温称量直至恒重(精确至 0.000 2 g)。

干燥减量 w_2 (%)按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中:

m_0 ——称量瓶质量,单位为克(g);

m_1 ——试样和称量瓶质量,单位为克(g);

m_2 ——试样和称量瓶烘干后质量,单位为克(g)。

4.5 酸度或碱度的测定

4.5.1 试剂和溶液

丙酮;

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;

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

甲基红溶液:1 g/L 乙醇溶液,按 GB/T 603 配制;

溴甲酚绿溶液:1 g/L 乙醇溶液,按 GB/T 603 配制;

混合指示液:甲基红溶液+溴甲酚绿溶液=2+10。

4.5.2 测定步骤

称取 2 g 试样(精确至 0.000 2 g)于 250 mL 锥形瓶中,加入 50 mL 丙酮,滴加混合指示液 5 滴~6 滴,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至绿色为终点,同时做一空白测定。若试液呈碱性,需用盐酸标准滴定溶液滴定至粉红色为终点,同时做一空白测定。试样的酸度 w_3 (%)按式(3)计算或碱度 w_4 (%)按式(4)计算。

$$w_3 = \frac{c \cdot (V_1 - V_0) \cdot M}{m \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

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_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);
- 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);
- m ——试样质量,单位为克(g);
- M ——硫酸的摩尔质量数值,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4)=49$]

$$w_4 = \frac{c' \cdot (V'_1 - V'_0) \cdot M}{m' \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

- c' ——盐酸标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V'_0 ——滴定空白溶液,消耗盐酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V'_1 ——滴定试样溶液,消耗盐酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- m' ——试样质量,单位为克(g);
- M ——氢氧化钠的摩尔质量数值,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{NaOH})=40$]

4.6 丙酮不溶物的测定

按 GB/T 19138 进行。

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 噻嗪酮原药的标志、标签和包装应符合 GB 3796 的规定。

5.2 噻嗪酮原药应用清洁的塑料桶(袋)包装,每桶(袋)净含量一般为 25 kg、50 kg 或 200 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 噻嗪酮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:本品属低毒杀虫剂,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,应立即用大量清水冲洗。误服者立即送医院急救。

5.7 验收期:噻嗪酮原药的验收期为 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本标准要求。

附录 A
(资料性附录)

噻嗪酮质量分数填充柱气相色谱测定方法

A.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解,以邻苯二甲酸二环己酯为内标物,使用 5%OV-101/Gas chrom Q 填充物的色谱柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的噻嗪酮进行气相色谱分离和测定。

A.2 试剂和溶液

三氯甲烷;

固定液:OV-101;

载体:Gas chrom Q 粒径 180 μm ~250 μm ;

邻苯二甲酸二环己酯:不得含有干扰分析的杂质;

内标溶液:称取 4.0 g 邻苯二甲酸二环己酯,于 500 mL 容量瓶中,用三氯甲烷溶解并稀释至刻度,摇匀;

噻嗪酮标样:已知质量分数, $w \geq 98.0\%$ 。

A.3 仪器

气相色谱仪:具有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:1 m \times 3 mm (i. d.) 玻璃柱,内装 5%OV-101/Gas Chrom Q 粒径 180 μm ~250 μm 填充物(或具有相同柱效的其他色谱柱);

微量进样器:10 μL 。

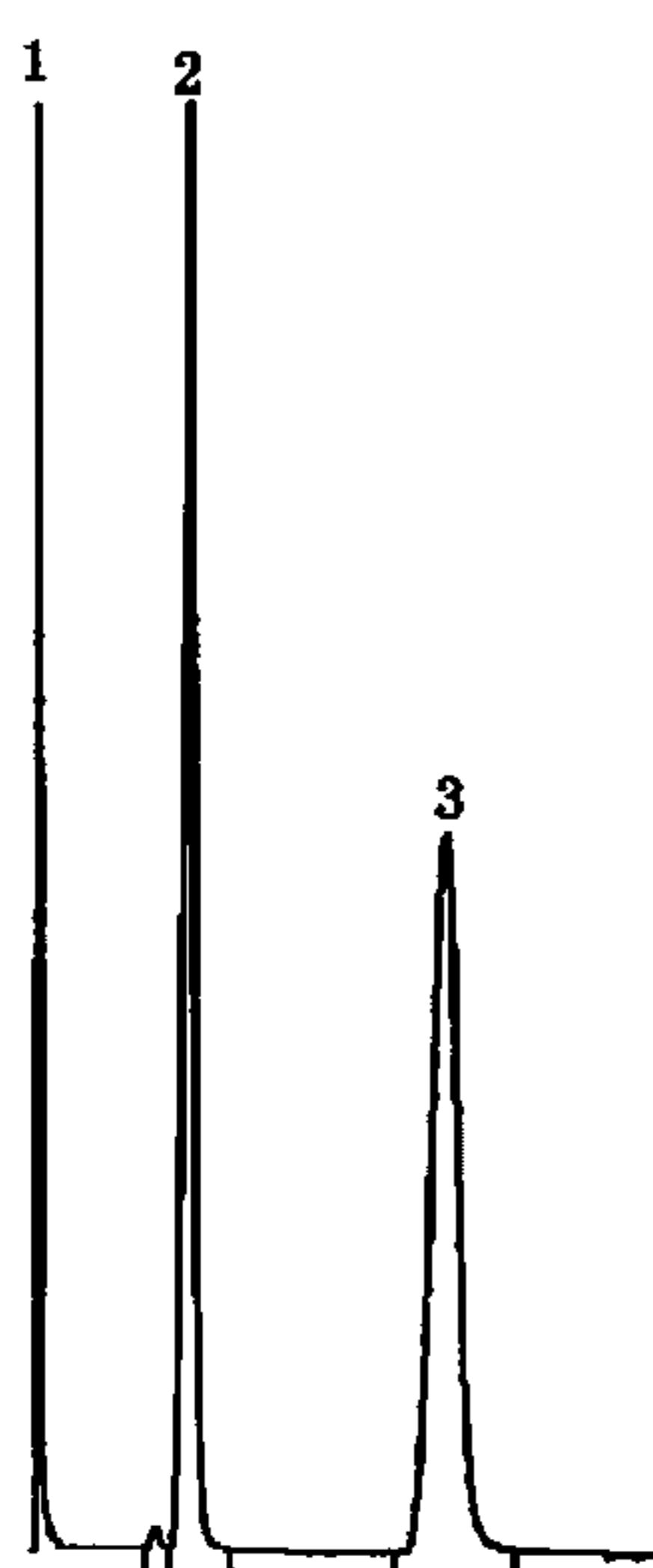
A.4 气相色谱操作条件

温度($^{\circ}\text{C}$):柱温 200,气化室 250,检测器室 250;

气体流量(mL/min):载气(N_2)30、氢气 40、空气 400;

保留时间(min):噻嗪酮 5;邻苯二甲酸二环己酯 10;

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。典型的噻嗪酮原药的填充柱气相色谱图见图 A.1。



- 1——溶剂；
2——噻嗪酮；
3——内标物(邻苯二甲酸二环己酯)。

图 A.1 噻嗪酮原药与内标物的填充柱气相色谱图

A.5 测定步骤

A.5.1 标样溶液的配制

称取噻嗪酮标样 0.08 g(精确至 0.000 2 g)于 15 mL 具塞玻璃瓶中,用移液管准确移入 10 mL 内标液,摇匀。

A.5.2 试样溶液的配制

称取约含噻嗪酮 0.08 g 的试样(精确至 0.000 2 g)于 15 mL 具塞玻璃瓶中,用 A.5.1 中使用的同一支移液管准确移入 10 mL 内标液,摇匀。

A.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,计算各针噻嗪酮与内标物峰面积之比的重复性。待相邻两针噻嗪酮与内标物峰面积比的相对变化小于 1.2% 时,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。

A.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噻嗪酮和内标物的峰面积比分别进行平均。试样中噻嗪酮的质量分数 w_1 (%) 按式(A.1)计算:

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

式中:

r_1 ——标样溶液中,噻嗪酮与内标物峰面积比的平均值;

r_2 ——试样溶液中,噻嗪酮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 ——标样中噻嗪酮的质量分数,以%表示。

A.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。
