

团 体 标 准

T/CCPIA 042—2020

联苯肼酯原药

Bifenazate technical material

2020-02-25 发布

2020-02-25 实施

中国农药工业协会

发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由中国农药工业协会提出。

本标准由中国农药工业协会归口。

本标准起草单位：广东广康生化科技股份有限公司、河北兴柏农业科技有限公司、江苏省南通金陵农化有限公司、浙江省上虞市银邦化工有限公司、贵州省农药产品质量监督检验站、贵州省分析测试研究院、贵州健安德科技有限公司。

本标准主要起草人：曾娟、张飞、王大霞、王世银、范秀嘉、周文伟、王志亭、周承真、潘荣根、魏进、陈蓓蓓。



CCPIA

联苯肼酯原药

1 范围

本标准规定了联苯肼酯原药的要求、试验方法、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运。本标准适用于联苯肼酯及其生产中产生的杂质组成的联苯肼酯原药。

注：联苯肼酯的其他名称、结构式和基本物化参数见附录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 1600—2001 农药水分测定方法

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

类白色至米黄色粉末，无可见的外来杂质。

3.2 技术指标

联苯肼酯原药还应符合表1要求。

表1 联苯肼酯原药控制项目指标

项 目	指 标
联苯肼酯质量分数/%	≥ 97.0
pH范围	4.0~7.0
水分/%	≤ 0.5
丙酮不溶物 ^a /%	≤ 0.5
^a 正常生产时，丙酮不溶物每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 4.3.3 进行。

4.2 抽样

按照 GB/T 1605—2001 中 5.3.1 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

红外光谱法——试样与标样在 4000 cm^{-1} ~ 400 cm^{-1} 范围内的红外吸收光谱图应无明显差异，联苯肼酯标样红外光谱图见图 1。

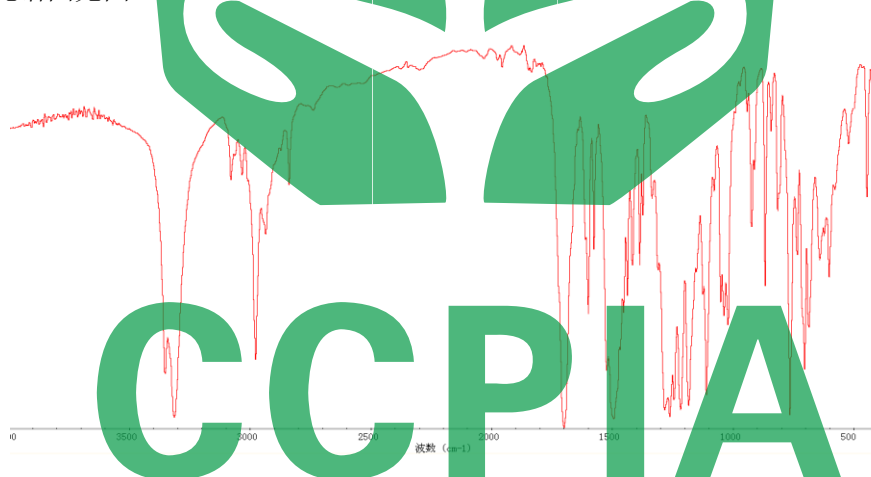


图1 联苯肼酯标样红外光谱图

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

4.4 联苯肼酯质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水（0.5%冰乙酸）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 230 nm 下对试样中的联苯肼酯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。

水：超纯水或新蒸二次蒸馏水。

冰乙酸：色谱纯。

联苯肼酯标样：已知联苯肼酯质量分数， $\omega \geq 99.0\%$ 。

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：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装C₁₈、5 μm填充物（或具同等效果的色谱柱）。

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 液相色谱操作条件

流动相： Ψ [乙腈：水（0.5%冰乙酸）]=60：40，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℃）。

检测波长：230 nm。

进样体积：5 μL。

保留时间：联苯肼酯约8.3 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。典型的联苯肼酯原药高效液相色谱图见图2。



说明：

1——联苯肼酯。

图2 联苯肼酯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0.05 g（精确至0.000 1 g）联苯肼酯标样于50 mL容量瓶中，加入适量乙腈，超声波振荡5 min使试样溶解，冷却至室温，用乙腈定容至刻度，摇匀。用移液管移取10 mL上述溶液于另一个50 mL容量瓶中，用乙腈稀释至刻度，摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.05 g (精确至 0.000 1 g) 联苯肼酯的试样于 50 mL 容量瓶中, 加入适量乙腈, 超声波振荡 5 min 使试样溶解, 冷却至室温, 用乙腈定容至刻度, 摇匀。用移液管移取 10 mL 上述溶液于另一个 50 mL 容量瓶中, 用乙腈稀释至刻度, 摇匀。

4.4.5.3 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, 直至相邻两针联苯肼酯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联苯肼酯峰面积分别进行平均。试样中联苯肼酯质量分数按式 (1) 计算:

$$\omega_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times \omega}{A_1 \times m_2} \quad (1)$$

式中:

ω_1 ——试样中联苯肼酯的质量分数, 以%表示;

A_2 ——试样溶液中联苯肼酯峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量, 单位为克 (g);

ω ——标样中联苯肼酯的质量分数, 以%表示;

A_1 ——标样溶液中联苯肼酯峰面积的平均值;

m_2 ——试样的质量, 单位为克 (g)。

4.4.6 允许差

联苯肼酯质量分数两次平行测定结果之差应不大于 1.2%, 取其算数平均值作为测定结果。

4.5 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.6 水分的测定

按 GB/T 1600—2001 中 2.1 进行。

4.7 丙酮不溶物的测定

按 GB/T 19138 进行。

5 验收和质量保质期

5.1 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

5.2 质量保证期

在规定的储运条件下, 联苯肼酯原药的质量保证期, 从生产日期算起为 2 年。质量保证期内, 各项指标均应符合标准要求。

6 标志、标签、包装、储运

6.1 标志、标签和包装

联苯肼酯原药的标志、标签和包装应符合 GB 3796 的规定。

联苯肼酯原药用内衬塑料袋的编织袋或纸板桶包装，每桶净含量25 kg。也可根据用户要求和订货协议采用其他形式的包装，但需符合 GB 3796 的规定。

6.2 储运

联苯肼酯原药包装件应储存在通风、干燥的库房中。储运时，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。



附 录 A
(资料性附录)

联苯肼酯其他名称、结构式和基本物化参数

本产品有效成分联苯肼酯的其它名称、结构式和基本物化参数如下。

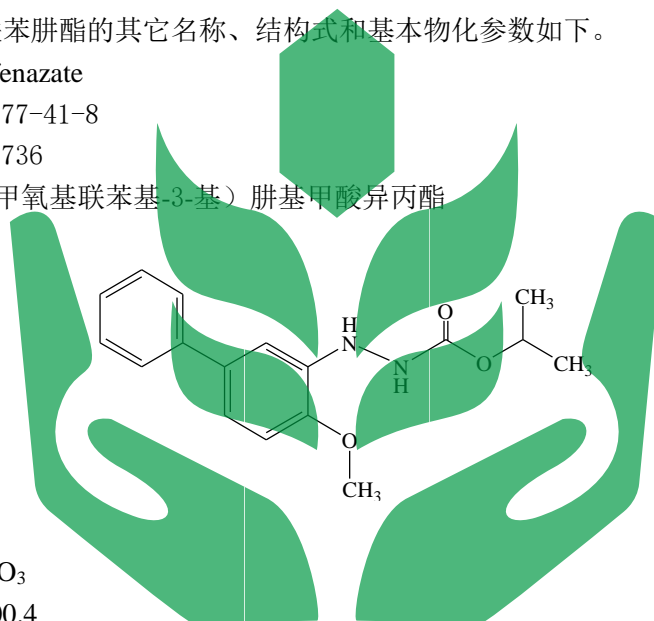
ISO通用名称: Bifenazate

CAS登录号: 149877-41-8

CIPAC数字代码: 736

化学名称: 3-(4-甲氧基联苯基-3-基)肼基甲酸异丙酯

结构式:



实验式: $C_{17}H_{20}N_2O_3$

相对分子质量: 300.4

生物活性: 杀虫、杀螨

熔点: $123\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 125\text{ }^{\circ}\text{C}$

沸点: $240\text{ }^{\circ}\text{C}$ 分解

蒸气压 ($25\text{ }^{\circ}\text{C}$): $3.8\times 10^{-4}\text{ mPa}$

溶解度 (g/L): 水 2.06×10^{-3} ($20\text{ }^{\circ}\text{C}$, pH 7), 乙腈111, 乙酸乙酯113, 甲醇50.7, 甲苯26.2, 己烷0.232

稳定性: 在 $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、相对湿度 50%的条件下, 可稳定存在 1 年以上; $25\text{ }^{\circ}\text{C}$, 水解 DT_{50} 9.10 d (pH 4)、5.4 d (pH 5)、0.8 d (pH 7)、0.08 d (pH 9); $25\text{ }^{\circ}\text{C}$, 水中光解 DT_{50} 17 h (pH 5)