

ICS 65. 100. 10

G 25

备案号: 60540—2018

HG

# 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3630—2017

代替 HG/T 3630—1999

## 高效氯氰菊酯母药

Beta-cypermethrin technical concentrates

2017-11-07 发布

2018-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 HG/T 3630—1999《高效氯氰菊酯原药浓剂》。与 HG/T 3630—1999 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 高效氯氰菊酯质量分数指标由原标准的不低于 27.0 % 改为  $27.0 \% \pm 1.4 \%$ ；
- 删除高效液相色谱内标法。

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/TC133) 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：江苏扬农化工股份有限公司、南京红太阳股份有限公司、中山凯中有限公司、广东广康生化科技股份有限公司、江苏省农药研究所股份有限公司。

本标准主要起草人：张雪冰、杨闻翰、孙希祥、刘奎涛、范秀嘉、王洪雷。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- HG 3630—1999；HG/T 3630—1999。

# 高效氯氰菊酯母药

## 1 范围

本标准规定了高效氯氰菊酯母药的要求、试验方法、验收以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由高效氯氰菊酯及其生产中产生的杂质组成的高效氯氰菊酯母药。

注：高效氯氰菊酯的其他名称、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 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

## 3 要求

### 3.1 外观

稳定的均相透明液体，无明显的悬浮物或沉淀。

### 3.2 技术指标

高效氯氰菊酯母药还应符合表 1 的要求。

表 1 高效氯氰菊酯母药控制项目指标

项 目	指 标
高效氯氰菊酯质量分数/%	$27.0^{+1.4}_{-1.4}$
水分/% $\leq$	0.3
pH 值范围	4.0~6.0

## 4 试验方法

### 4.1 警示

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



采取适当的的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规的规定。

#### 4.2 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。

#### 4.3 抽样

按 GB/T 1605—2001 中 5.3.2 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 mL。

#### 4.4 鉴别试验

红外光谱法——挥干溶剂后的试样与高效氯氰菊酯标样在  $400\text{ cm}^{-1}\sim 4\,000\text{ cm}^{-1}$  范围的红外吸收光谱图应没有明显区别。高效氯氰菊酯标样的红外光谱图见图 1。

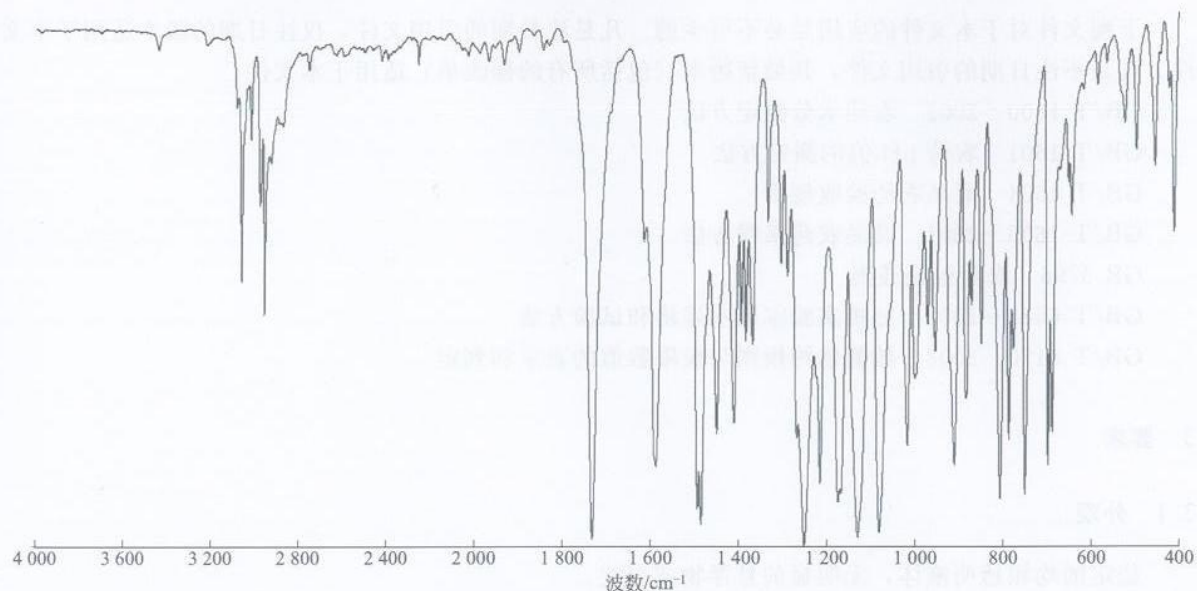


图 1 高效氯氰菊酯标样的红外光谱图

高效液相色谱法——本鉴别试验可与高效氯氰菊酯质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中某两个色谱峰的保留时间与标样溶液中高效氯氰菊酯的高顺体和高反体色谱峰的保留时间的相对差值均应在 1.5 % 以内。

#### 4.5 高效氯氰菊酯质量分数的测定

##### 4.5.1 方法提要

试样用正己烷溶解。以正己烷+乙酸乙酯为流动相,使用以硅胶为填料的不锈钢柱和紫外检测器,在波长 278 nm 下对试样中的高效氯氰菊酯母药进行正相高效液相色谱分离,以外标法定量。

##### 4.5.2 试剂和溶液

正己烷:色谱纯。

乙酸乙酯。

高效氯氰菊酯标样:已知高效氯氰菊酯质量分数,  $w \geq 99.0\%$ 。

### 4.5.3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

色谱数据处理机或工作站。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i. d.) 不锈钢柱，内装 5  $\mu$ m 硅胶填充物（或具同等效果的色谱柱）。

过滤器：滤膜孔径约 0.45  $\mu$ m。

微量进样器：50  $\mu$ L。

定量进样管：5  $\mu$ L。

超声波清洗器。

### 4.5.4 高效液相色谱操作条件

流动相： $\phi$ (正己烷：乙酸乙酯)=99：1，经滤膜过滤，并进行脱气；

流速：2.0 mL/min；

柱温：室温；

检测波长：278 nm；

进样体积：5  $\mu$ L；

保留时间：低效顺式[(R)(1R,3R)-异构体+(S)(1S,3S)-异构体] 约 8.5 min、高效顺式[(S)(1R,3R)-异构体+(R)(1S,3S)-异构体] 约 9.8 min、低效反式[(R)(1R,3S)-异构体+(S)(1S,3R)-异构体] 约 11.6 min、高效反式[(S)(1R,3S)-异构体+(R)(1S,3R)-异构体] 约 13.3 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做适当调整，以期获得最佳效果。典型的高效氯氰菊酯母药的高效液相色谱图见图 2。

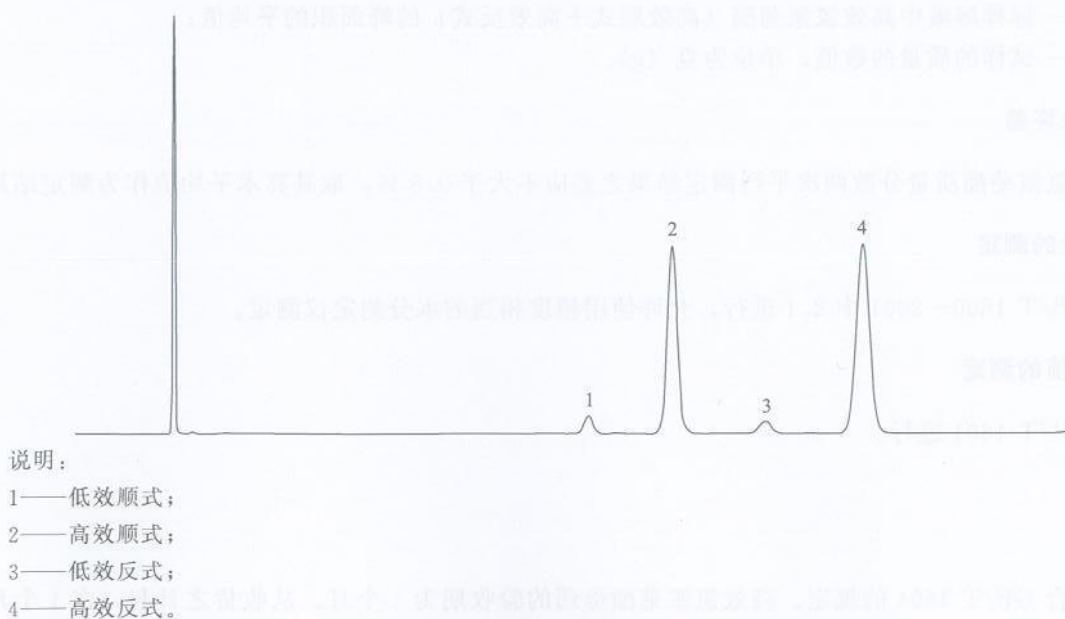


图 2 高效氯氰菊酯母药的高效液相色谱图

### 4.5.5 测定步骤

#### 4.5.5.1 标样溶液的制备

称取 0.05 g 高效氯氰菊酯标样（精确至 0.000 1 g）于 50 mL 容量瓶中，加入正己烷，超声波振荡至标样完全溶解，冷却至室温，用正己烷定容至刻度，摇匀。



## HG/T 3630—2017

## 4.5.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.05 g 高效氯氰菊酯的母药试样（精确至 0.000 1 g）于 50 mL 容量瓶中，加入正己烷定容至刻度，摇匀。

## 4.5.5.3 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，直至相邻两针高效氯氰菊酯（高效顺式+高效反式）的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。

## 4.5.5.4 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高效氯氰菊酯（高效顺式+高效反式）的峰面积分别进行平均。试样中高效氯氰菊酯质量分数按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{A_2 m_1 w}{A_1 m_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$w_1$ ——试样中高效氯氰菊酯质量分数，以 % 表示；

$A_2$ ——试样溶液中高效氯氰菊酯（高效顺式+高效反式）的峰面积的平均值；

$m_1$ ——高效氯氰菊酯标样的质量的数值，单位为克（g）；

$w$ ——标样中高效氯氰菊酯质量分数，以 % 表示；

$A_1$ ——标样溶液中高效氯氰菊酯（高效顺式+高效反式）的峰面积的平均值；

$m_2$ ——试样的质量的数值，单位为克（g）。

## 4.5.6 允许差

高效氯氰菊酯质量分数两次平行测定结果之差应不大于 0.6 %，取其算术平均值作为测定结果。

## 4.6 水分的测定

按 GB/T 1600—2001 中 2.1 进行，允许使用精度相当的水分测定仪测定。

## 4.7 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

## 5 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。高效氯氰菊酯母药的验收期为 1 个月。从收货之日起，在 1 个月内完成产品的质量验收，其各项指标均应符合标准要求。

## 6 标志、标签、包装、贮运

## 6.1 标志、标签、包装

高效氯氰菊酯母药的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定。高效氯氰菊酯母药采用清洁、干燥的镀锌铁桶包装，每桶净含量不宜超过 100 kg。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。

## 6.2 贮运

高效氯氰菊酯母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。



图 1 高效氯氰菊酯母药有效成分结构式



图 2 高效氯氰菊酯母药有效成分结构式

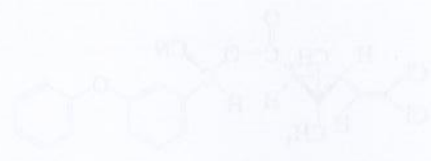


图 3 高效氯氰菊酯母药有效成分结构式

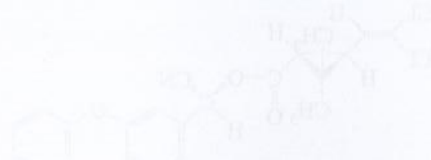


图 4 高效氯氰菊酯母药有效成分结构式

HG/T 3630—2017

## 附录 A

(资料性附录)

## 高效氯氰菊酯的其他名称、结构式和基本物化参数

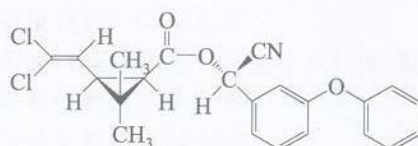
本产品有效成分高效氯氰菊酯的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

ISO 通用名称: Beta-cypermethrin

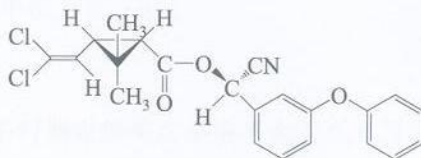
CAS 登录号: 65731-84-2

化学名称: (S)- $\alpha$ -氰基-3-苯氧基苄基 (1R, 3R)-3-(2,2-二氯乙烯基)-2,2-二甲基环丙烷羧酸酯和 (R)- $\alpha$ -氰基-3-苯氧基苄基 (1S, 3S)-3-(2,2-二氯乙烯基)-2,2-二甲基环丙烷羧酸酯与 (S)- $\alpha$ -氰基-3-苯氧基苄基 (1R, 3S)-3-(2,2-二氯乙烯基)-2,2-二甲基环丙烷羧酸酯和 (R)- $\alpha$ -氰基-3-苯氧基苄基 (1S, 3R)-3-(2,2-二氯乙烯基)-2,2-二甲基环丙烷羧酸酯

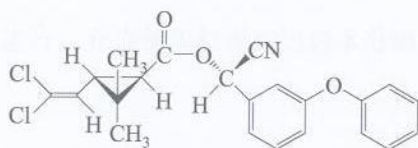
结构式:



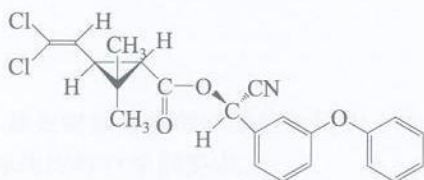
(S)(1R, 3R)-异构体



(R)(1S, 3S)-异构体



(S)(1R, 3S)-异构体



(R)(1S, 3R)-异构体

实验式:  $C_{22}H_{19}Cl_2NO_3$

相对分子质量: 416.31

生物活性: 杀虫



熔点 (°C): 63~69 (异构体比例不同, 熔点会有变化)

溶解度: 微溶于水, 可溶于二甲苯、二氯甲烷、丙酮和乙酸乙酯等有机溶剂

稳定性: 在中性和弱酸性条件下稳定, 在强碱性介质中水解, 对空气和日光稳定, 150 °C 以下热稳定性好

## 高效氯氰菊酯乳油

Beta-cypermethrin emulsifiable concentrates

2017-11-07 发布

2018-04-01 实施