

ICS 65.100.10
G 25
备案号: 53275—2016

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4928—2016

高效氟氯氰菊酯原药

Beta-cyfluthrin technical material

2016-01-15 发布

2016-07-01 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：江苏扬农化工股份有限公司。

本标准参加起草单位：拜耳作物科学 (中国) 有限公司、江苏春江农化有限公司。

本标准主要起草人：史卫莲、庄夕华、钱辉、张春妮、黄东进。

高效氟氯氰菊酯原药

1 范围

本标准规定了高效氟氯氰菊酯原药的要求，试验方法以及标志、标签、包装、贮运、安全和验收期。

本标准适用于由高效氟氯氰菊酯及其生产中产生的杂质组成的高效氟氯氰菊酯原药。

注：高效氟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 农药水分测定方法

GB/T 1604 商品农药验收规则

GB/T 1605 商品农药采样方法

GB 3796 农药包装通则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法（mod ISO 3696:1987）

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

GB/T 28135 农药酸（碱）度测定方法 指示剂法

3 要求

3.1 外观

本品应为白色至浅黄色粉末，无可见的外来物和添加的改性剂。

3.2 技术指标

高效氟氯氰菊酯原药控制项目指标应符合表 1 的要求。

表 1 高效氟氯氰菊酯原药控制项目指标

项 目		指 标
氟氯氰菊酯质量分数/%		≥ 96.5
4 个非对映异构体比例范围/%	非对映体 I	≤ 2.0
	非对映体 II	30.0~40.0
	非对映体 III	≤ 3.0
	非对映体 IV	57.0~67.0
酸度(以 H ₂ SO ₄ 计)/%		≤ 0.2
水分/%		≤ 0.1
丙酮不溶物 ^a /%		≤ 0.2
^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

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 规定的三级水。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 修约值比较法进行。

4.2 抽样

按 GB/T 1605 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。

4.3 鉴别试验

正相高效液相色谱法——本鉴别试验可与高效氟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 4 个非对映异构体的比例范围应符合指标要求, 某两个色谱峰的保留时间与标样溶液中高效氟氯氰菊酯的非对映体 II 和非对映体 IV 色谱峰的保留时间的相对差值应在 1.5 % 以内。

红外光谱法——试样与高效氟氯氰菊酯标样在 4 000 cm⁻¹~400 cm⁻¹ 范围内的红外吸收光谱图应无明显差异。高效氟氯氰菊酯标样的红外光谱图见图 1。

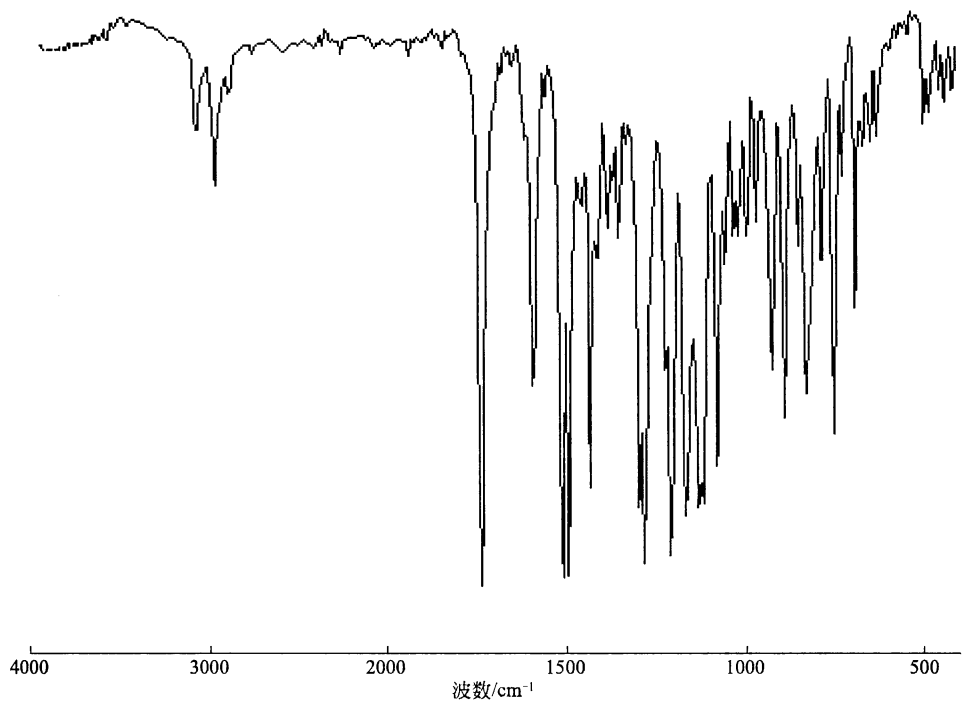


图 1 高效氟氯氰菊酯标样的红外光谱图

4.4 氟氯氰菊酯质量分数及 4 个非对映异构体比例的测定

4.4.1 方法提要

试样用流动相溶解。以正庚烷+叔丁基甲基醚为流动相，使用以硅胶为填料的不锈钢柱和具有可变波长紫外检测器（235 nm）对试样中的氟氯氰菊酯进行正相高效液相色谱分离和测定，以外标法定量。

4.4.2 试剂和溶液

高效氟氯氰菊酯标样：已知氟氯氰菊酯质量分数， $w \geq 99.0\%$ 。
正庚烷：色谱纯。
叔丁基甲基醚：色谱纯。

4.4.3 仪器

高效液相色谱仪：具有紫外可变波长检测器。
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，内装粒径为 5 μm 的 Luna Silica 填料，也可使用性能相当的其他色谱柱。
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 操作条件

流动相： ϕ (正庚烷：叔丁基甲基醚)=950：50，经滤膜过滤，并进行脱气；

HG/T 4928—2016

流速：1.0 mL/min；

柱温：室温；

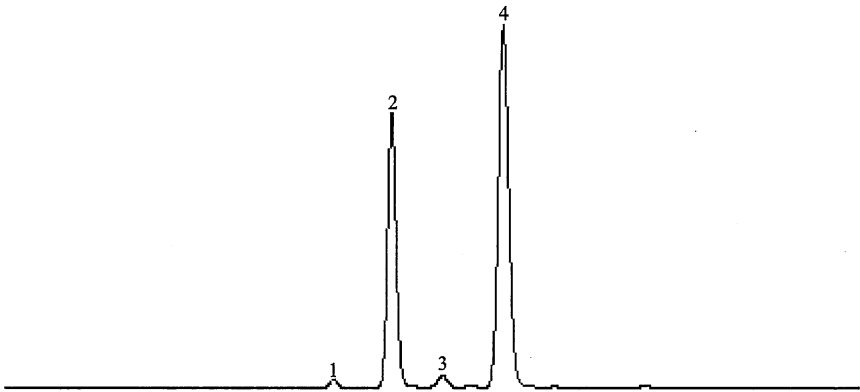
检测波长：235 nm；

进样体积：5 μ L；

保留时间：非对映体 I 约 9.3 min，非对映体 II 约 10.4 min，非对映体 III 约 11.5 min，非对映体 IV 约 12.7 min。

上述操作参数是典型的，可根据不同仪器及色谱柱特点对给定的操作参数做适当调整，以期获得最佳效果。

典型的高效氟氯氰菊酯原药的正相高效液相色谱图见图 2。



说明：

1——非对映体 I；

2——非对映体 II；

3——非对映体 III；

4——非对映体 IV。

图 2 高效氟氯氰菊酯原药的正相高效液相色谱图

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的制备

称取高效氟氯氰菊酯标样 0.1 g（精确至 0.000 1 g），置于 50 mL 容量瓶中，加流动相振摇使之溶解完全，用流动相稀释至刻度，摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的制备

称取含高效氟氯氰菊酯 0.1 g（精确至 0.000 1 g）的试样，置于 50 mL 容量瓶中，加流动相振摇使之溶解完全，用流动相稀释至刻度，摇匀。

4.4.5.3 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，直至相邻两针氟氯氰菊酯峰面积的相对变化小于 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。

4.4.6 计算

将测得的两针试样溶液以及试样溶液前后两针标样溶液中氟氯氰菊酯的峰面积分别进行平均。

4.4.6.1 氟氯氰菊酯质量分数的计算

试样中氟氯氰菊酯质量分数 w_1 ，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 ——试样中氟氯氰菊酯质量分数，以％表示；
- A_2 ——试样溶液中氟氯氰菊酯峰面积的平均值；
- m_1 ——高效氟氯氰菊酯标样的质量的数值，单位为克（g）；
- w ——高效氟氯氰菊酯标样中氟氯氰菊酯质量分数，以％表示；
- A_1 ——标样溶液中氟氯氰菊酯峰面积的平均值；
- m_2 ——试样的质量的数值，单位为克（g）。

4.4.6.2 4 个非对映异构体比例的计算

试样中高效氟氯氰菊酯 4 个非对映异构体比例 w_i ，按公式（2）计算：

$$w_i = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100 \quad (i = 1 \sim 4) \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- w_i ——每针试样溶液中高效氟氯氰菊酯各个非对映异构体比例，以％表示；
- A_i ——每针试样溶液中高效氟氯氰菊酯各个非对映异构体的峰面积；
- $\sum A_i$ ——每针试样溶液中高效氟氯氰菊酯 4 个非对映异构体的峰面积之和。

4.4.7 允许差

氟氯氰菊酯质量分数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 酸度的测定

按 GB/T 28135 进行。

4.6 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。

4.7 丙酮不溶物的测定

按 GB/T 19138 进行。

4.8 产品的检验与验收

按 GB/T 1604 进行。极限数值的处理采用修约值比较法。

5 标志、标签、包装、贮运、安全和验收期

5.1 标志、标签和包装

高效氟氯氰菊酯原药的标志、标签和包装应符合 GB 3796 的规定，高效氟氯氰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。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。

HG/T 4928—2016

5.2 贮运

高效氟氯氰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

高效氟氯氰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

高效氟氯氰菊酯原药验收期为 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)

高效氟氯氰菊酯的其他名称、结构式和基本物化参数

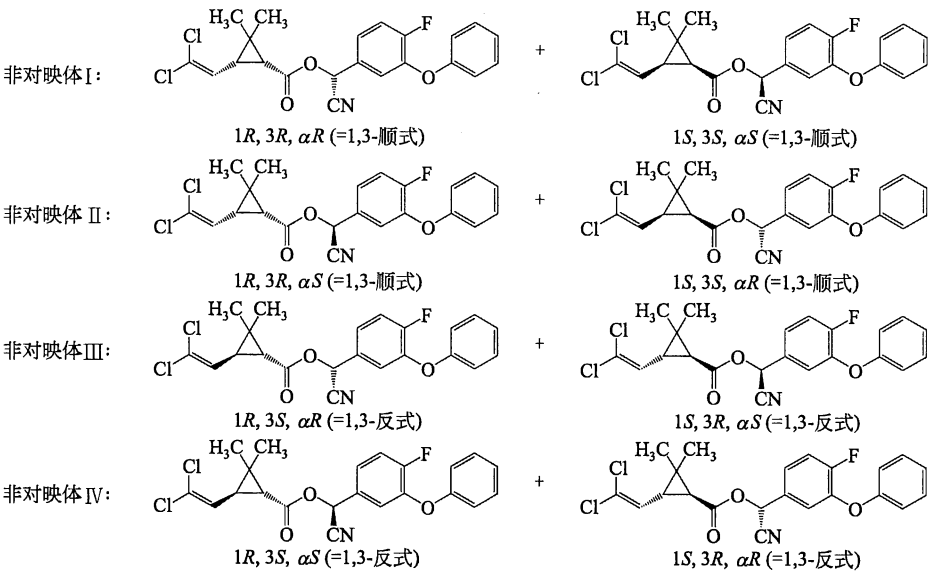
本产品有效成分高效氟氯氰菊酯的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

ISO 通用名称: beta-cyfluthrin

CAS 登记号: 68359-37-5

化学名称: (RS)- α -氰基-4-氟-3-苯氧基苄基(1RS,3RS;1RS,3SR)-3-(2,2-二氯乙烯基)-2,2-二甲基环丙烷羧酸酯

结构式:



实验式: $C_{22}H_{18}Cl_2FNO_3$

相对分子质量: 434.3

生物活性: 杀虫

溶解度: 微溶于水, 易溶于丙酮、甲苯和二氯甲烷等有机溶剂

稳定性: 常温贮存能稳定 2 年以上; 在酸性条件下稳定, 但在 $pH > 7.5$ 的碱性条件下易分解

5 标志、标签、包装、贮运、安全和验收期

5.1 标志、标签和包装

氟氯氰菊酯原药的标志、标签和包装应符合 GB 3796 的规定。氟氯氰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。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。

5.2 贮运

氟氯氰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

氟氯氰菊酯为中等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

氟氯氰菊酯原药验收期为 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)

氟氯氰菊酯的其他名称、结构式和基本物化参数

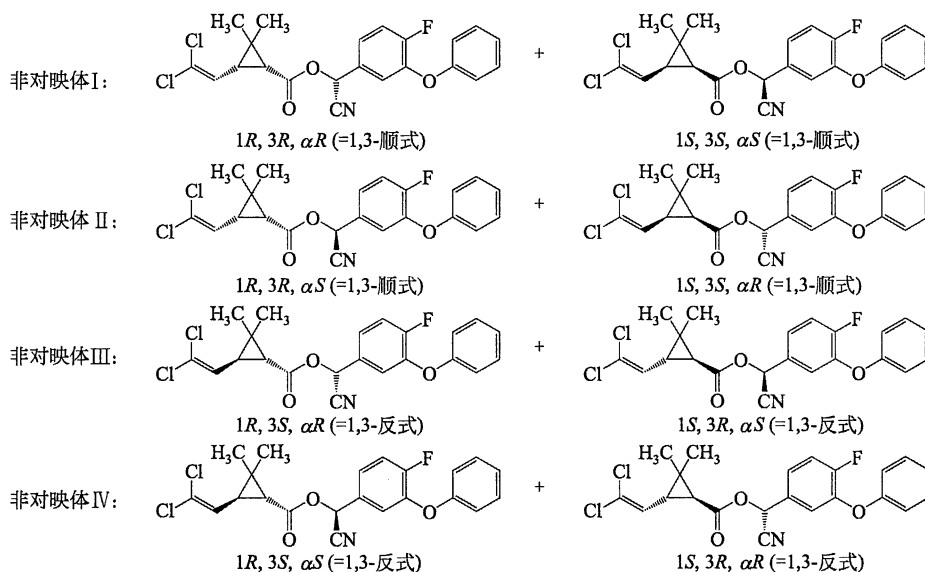
本产品有效成分氟氯氰菊酯的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

ISO 通用名称: cyfluthrin

CAS 登记号: 68359-37-5

化学名称: (RS)- α -氰基-4-氟-3-苯氧基苄基 (1RS,3RS;1RS,3SR)-3-(2,2-二氯乙烯基)-2,2-二甲基环丙烷羧酸酯

结构式:



实验式: $C_{22}H_{18}Cl_2FNO_3$

相对分子质量: 434.3

生物活性: 杀虫

溶解度: 微溶于水, 易溶于甲苯、丙酮、三氯甲烷、庚烷和四氢呋喃等有机溶剂

稳定性: 常温贮存能稳定 2 年以上; 在酸性条件下稳定, 但在 $pH > 7.5$ 的碱性条件下易分解