

ICS 65. 100. 10; 65. 100. 20
G 25
备案号: 60554~60556—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5242~5244—2017

双氟磺草胺原药和悬浮剂 以及氯菊酯原药 (2017)

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



目 录

HG/T 5242—2017	双氟磺草胺原药	(1)
HG/T 5243—2017	双氟磺草胺悬浮剂	(13)
HG/T 5244—2017	氯菊酯原药	(25)

ICS 65. 100. 10
G 25
备案号: 60556—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5244—2017

氯菊酯原药

Permethrin technical material

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：中山凯中有限公司、南通功成精细化工有限公司、广州超威日化股份有限公司。

本标准主要起草人：史卫莲、孙春燕、陈美芬、姚志牛、刘亚军。

氯菊酯原药

1 范围

本标准规定了氯菊酯原药的要求、试验方法、验收以及标志、标签、包装、贮运。
本标准适用于由氯菊酯及其生产中产生的杂质组成的氯菊酯原药。
注：氯菊酯的其他名称、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 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 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
- GB/T 28135 农药酸（碱）度测定方法 指示剂法

3 要求

3.1 外观

本品应为棕黄色至棕色黏稠油状液体，可能有部分结晶，无可见的外来物和添加的改性剂。

3.2 技术指标

氯菊酯原药应符合表 1 的要求。

表 1 氯菊酯原药控制项目指标

项 目	指 标	
	α （顺式体/反式体）=25：75	α （顺式体/反式体）=40：60
氯菊酯质量分数/%	\geq	92.0
α （顺式体/反式体）	(22.5~27.5)：(77.5~72.5)	(30~50)：(70~50)
酸度（以 H ₂ SO ₄ 计）/%	\leq	0.3
水分/%	\leq	0.3
丙酮不溶物 ^a /%	\leq	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 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 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

气相色谱法——本鉴别试验可与氯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氯菊酯相对应的两个色谱峰的保留时间的相对差值均应在 1.5 % 以内。

红外光谱法——试样与氯菊酯标样在 $4\,000\text{ cm}^{-1}\sim 400\text{ cm}^{-1}$ 范围内的红外吸收光谱图应无明显差异。氯菊酯标样的红外光谱图见图 1。

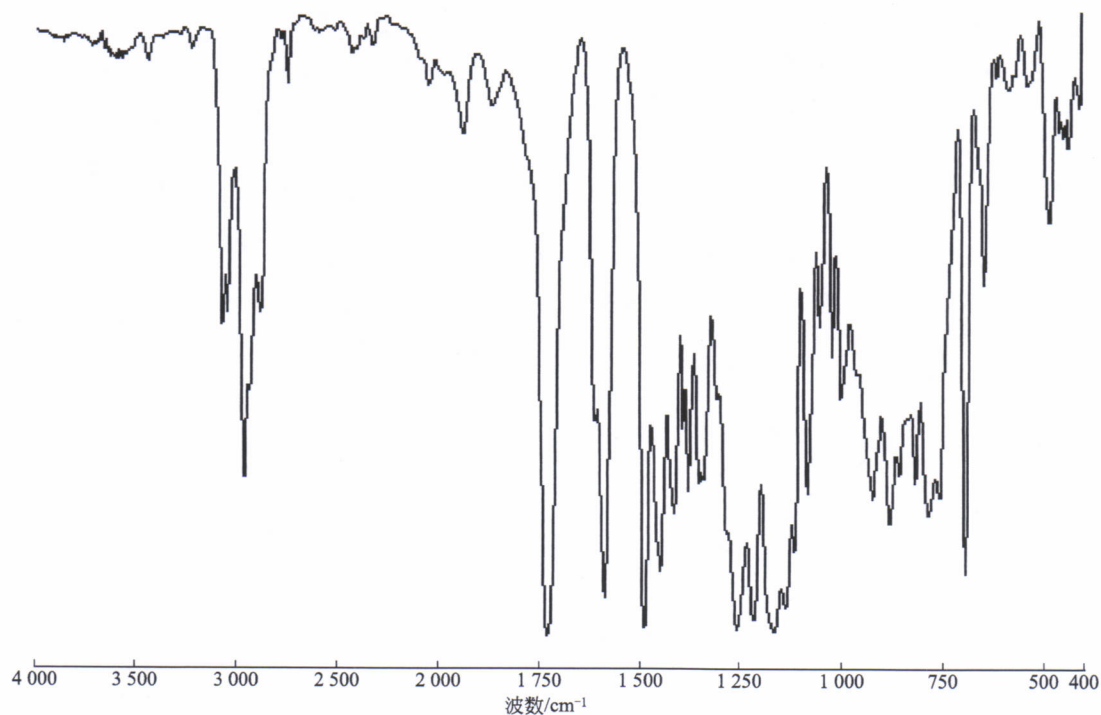


图 1 氯菊酯标样的红外光谱图

4.4 氯菊酯质量分数和 α (顺式体/反式体) 的测定

4.4.1 方法提要

试样用丙酮溶解。以磷酸三苯酯为内标物,使用内壁键合 100 % 二甲基聚硅氧烷的石英毛细管柱、分流进样装置和氢火焰离子化检测器对试样中的氯菊酯进行毛细管气相色谱分离和测定,以内标法定量。

4.4.2 试剂和溶液

氯菊酯标样：已知质量分数， $w \geq 98.0\%$ 。

磷酸三苯酯：应不含有干扰分析的杂质。

丙酮。

内标溶液：称取 1.0 g 磷酸三苯酯内标物（精确至 0.000 1 g），置于 100 mL 容量瓶中，用丙酮溶解后定容，摇匀，备用。

4.4.3 仪器

气相色谱仪：具氢火焰离子化检测器。

色谱柱：30 m \times 0.25 mm (i.d.) 石英毛细管柱，内壁键合 100 % 二甲基聚硅氧烷，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。

4.4.4 操作条件

温度：柱室 240 $^{\circ}\text{C}$ ，气化室 265 $^{\circ}\text{C}$ ，检测器室 265 $^{\circ}\text{C}$ ；

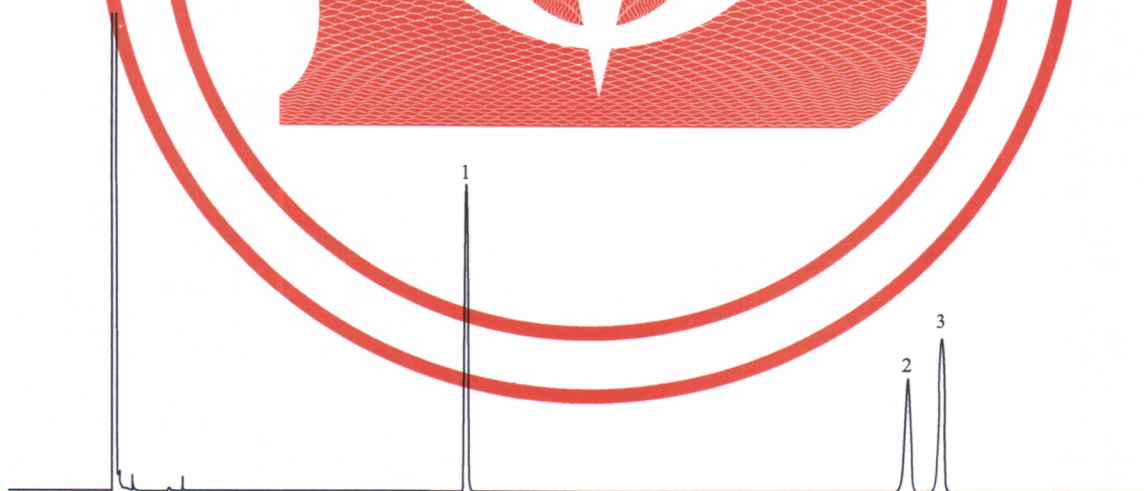
气体流速：载气 (He) 2.0 mL/min，氢气 30 mL/min，空气 400 mL/min；

分流比：50 : 1；

进样量：1.0 μL ；

保留时间：氯菊酯顺式体约 12.5 min，氯菊酯反式体约 13.0 min，内标物约 6.4 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。典型的氯菊酯原药和内标物的气相色谱图见图 2、图 3。



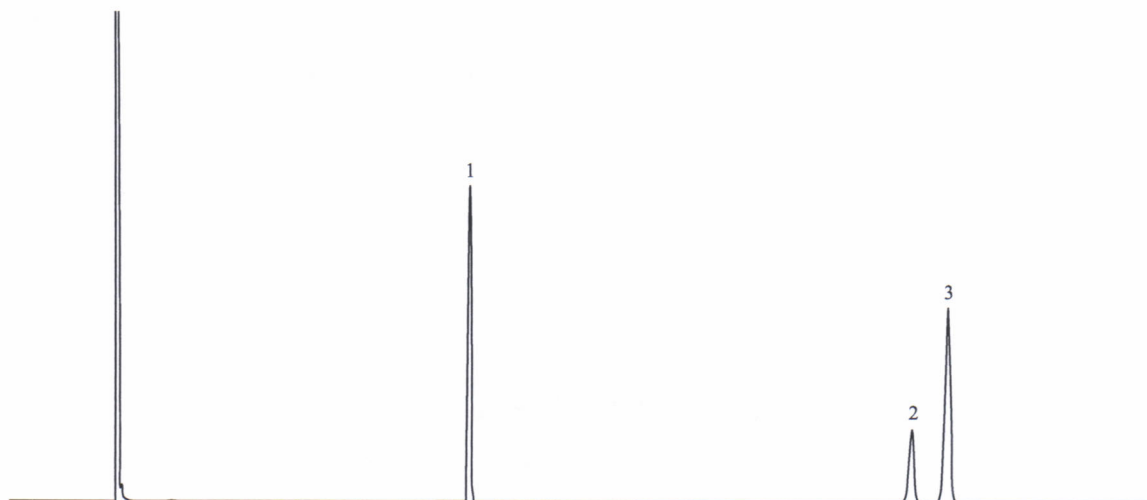
说明：

1——内标物；

2——氯菊酯顺式体；

3——氯菊酯反式体。

图 2 氯菊酯原药 [α (顺式体/反式体) = 40 : 60] 和内标物的气相色谱图



说明：

1——内标物；

2——氯菊酯顺式体；

3——氯菊酯反式体。

图3 氯菊酯原药 [α (顺式体/反式体)=25:75] 和内标物的气相色谱图

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的制备

称取 0.1 g 氯菊酯标样（精确至 0.000 1 g），置于 10 mL 容量瓶中，用移液管加入 5 mL 内标溶液，溶解，用丙酮稀释至刻度，摇匀。

4.4.5.2 样品溶液的制备

称取含 0.1 g 氯菊酯的原药试样（精确至 0.000 1 g），置于 10 mL 容量瓶中，用与 4.4.5.1 中相同的移液管加入 5 mL 内标溶液，溶解，用丙酮稀释至刻度，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，直至相邻两针氯菊酯顺式体与反式体之和的峰面积与内标物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氯菊酯顺式体与反式体峰面积之和与内标物的峰面积比分别进行平均。试样中氯菊酯质量分数按公式（1）计算：

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

式中：

w_1 ——试样中氯菊酯质量分数，以 % 表示；

r_2 ——试样溶液中氯菊酯顺式体与反式体峰面积之和与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——氯菊酯标样的质量的数值，单位为克（g）；

w ——标样中氯菊酯质量分数，以 % 表示；

r_1 ——标样溶液中氯菊酯顺式体与反式体峰面积之和与内标物峰面积比的平均值；

m_2 ——试样的质量的数值，单位为克（g）。

试样中氯菊酯顺式体与氯菊酯反式体比例按公式（2）计算：

$$\alpha = \frac{A_c / (A_c + A_t) \times 100}{A_t / (A_c + A_t) \times 100} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

α ——试样中氯菊酯顺式体与氯菊酯反式体的比例；

A_c ——试样溶液中氯菊酯顺式体的峰面积；

A_t ——试样溶液中氯菊酯反式体的峰面积。

4.4.7 允许差

氯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—2001 中 2.1 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。

5 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。氯菊酯原药验收期为 1 个月。从收货之日起 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。

6 标志、标签、包装、贮运

6.1 标志、标签、包装

氯菊酯原药的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定。氯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。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

氯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。

附 录 A

(资料性附录)

氯菊酯的其他名称、结构式和基本物化参数

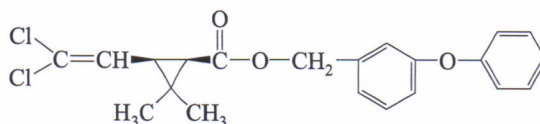
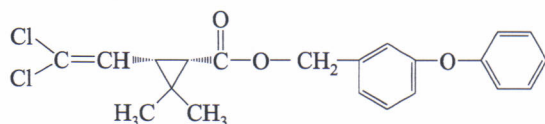
本产品有效成分氯菊酯的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

ISO 通用名称: Permethrin

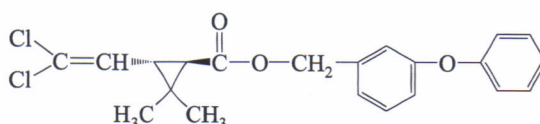
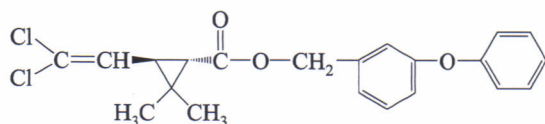
CAS 登录号: 52645-53-1

化学名称: 3-苯氧基苄基 (RS)-3-(2,2-二氯乙烯基)-2,2-二甲基环丙烷羧酸酯

结构式:



氯菊酯顺式体



氯菊酯反式体

实验式: $C_{21}H_{20}Cl_2O_3$

相对分子质量: 391.3

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; 在酸性和中性条件下稳定, 在碱性条件下易分解

中华人民共和国
化工行业标准
双氟磺草胺原药和悬浮剂
以及氯菊酯原药
(2017)

HG/T 5242~5244—2017

出版发行：化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

北京科印技术咨询服务公司海淀数码印刷分部

880mm×1230mm 1/16 印张2½ 字数58.6千字

2018年3月北京第1版第1次印刷

书号：155025·2409

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

定价：36.00元

版权所有 违者必究