

团 体 标 准

T/CCPIA XXX—2022

农药中间体 贲亭酸甲酯

Pesticide intermediate—Methyl 3,3-dimethyl-4-pentenoate

（征求意见稿）

2022-XX-XX 发布

2022-XX-XX 实施

中国农药工业协会 发 布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

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专利的责任。

本文件由中国农药工业协会提出并归口。

本文件起草单位：XXX。

本文件主要起草人：XXX。

农药中间体 贲亭酸甲酯

1 范围

本文件规定了贲亭酸甲酯的要求、试验方法、验收、验收期以及标志、标签、包装、储运。
本文件适用于贲亭酸甲酯产品的质量控制，也可作为供需双方贸易、合格评定以及管理活动等的依据。
注：贲亭酸甲酯的其他名称、结构式和基本物化参数参见附录A。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 191—2008 包装储运图示标志
GB/T 1600—2001 农药水分测定方法
GB/T 1605—2001 商品农药采样方法
GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 要求

4.1 技术指标

贲亭酸甲酯应符合表 1 要求。

表1 农药中间体 贲亭酸甲酯控制项目指标

项 目	指 标
贲亭酸甲酯质量分数/%	≥98.0
水分/%	≤0.1

5 试验方法

警示——使用本文件的人员应有实验室工作的实践经验。本文件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。

5.1 一般规定

本标准所用试剂，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂。检验结果的判定按 GB/T 8170-2008 中的 4.3.3 进行。

5.2 抽样

按 GB/T 1605-2001 中“液体制剂采样”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 mL。

5.3 鉴别试验

5.3.1 气相色谱法

本鉴别试验可与赝亨酸甲酯质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样中某色谱峰的保留时间与标样中赝亨酸甲酯色谱峰的保留时间，其相对差值应在 1.5 % 以内。

5.4 赝亨酸甲酯质量分数的测定

5.4.1 方法提要

对生产中的抽检样品使用 HP-1 毛细管柱进行气相色谱分离和测定。

5.4.2 仪器

5.4.2.1 气相色谱仪：具氢火焰离子化检测器。

5.4.2.2 色谱柱：30 m×0.32 mm 毛细管柱，键合 HP-1，膜厚 0.25 μm（或具同等效果的色谱柱）。

5.4.3 气相色谱操作条件

5.4.3.1 柱室温度：初始温度 80 °C 保持 2 min，然后以 20 °C/min 升温到 220°C 保持 5 min。

5.4.3.2 气化室温度 220 °C、检测室温度 250 °C。

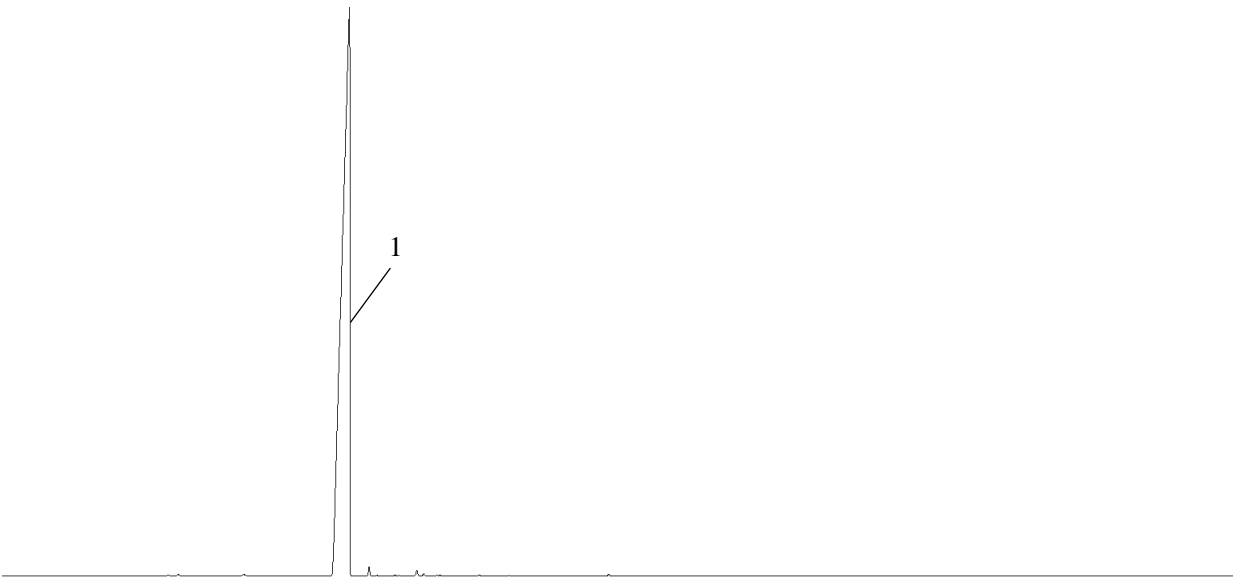
5.4.3.3 气体流量（mL/min）：载气（He）：1.0；氢气 30；空气 300。

5.4.3.4 分流比：30 : 1。

5.4.3.5 进样量：0.2 μL。

5.4.3.6 保留时间（min）：赝亨酸甲酯约 4.0。

5.4.3.7 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。典型的赝亨酸甲酯气相色谱图见图 1。



说明：
1— 贡亭酸甲酯

图 1 贡亭酸甲酯气相色谱图

5.4.4 测定步骤

在上述操作条件下，待仪器基线稳定后，连续注入数针试样溶液，计算各针相对响应值的重复性，待相邻两针的相对响应值变化小于 1.5%后，按照面积归一法对所得谱图进行积分计算。

5.4.5 计算

试样中贡亭酸甲酯质量分数 ω （%）按式（1）计算：

$$\omega = \frac{A_1}{\sum_{i=1}^n A_i} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：
 A_1 — 贡亭酸甲酯色谱峰面积；
 A_i — 所有色谱峰面积之和；

5.4.6 允许差

两次平行测定结果之差，应不大于 1.0 %，取其算术平均值作为测定结果。

5.5 水分的测定

按 GB/T 1600-2001 中卡尔·费休法进行。

6 检验规则

6.1 出厂检验

每批产品均应做出厂检验,经检验合格签发合格证后,方可出厂。出厂检验项目为第4章技术指标中的所有项目。

6.2 型式检验

型式检验项目为第4章中的全部项目,在正常联系生产情况下,每3个月至少进行一次。有下述情况下之一时,应进行型式检验:

- a) 原料有较大改变,可能影响产品质量时;
- b) 生产地址、生产设备或生产工艺有较大改变,可能影响产品质量时;
- c) 停产后又恢复生产时;
- d) 国家法定质量监管机构提出型式检验要求时。

6.3 判定规则

按 GB/T 8170-2008 中 4.3.3 判定检验结果是否符合本文件要求。

按第5章的检验方法对产品进行出厂检验和型式检验,任一项目不符合第4章的技术要求判为该批次产品不合格。

7 标志、标签、包装、储运、验收期

7.1 标志、标签、包装

农药中间体贲亭酸甲酯质检单上应标注有产品名称、批号、净含量、生产厂家名称、生产日期等内容,或按照客户需求增加标识。包装标志应符合GB/T 191-2008规定。

7.2 储运

农药中间体贲亭酸甲酯采用专用槽罐车运输送货。

7.3 验收期

在规定的运输和储存条件下,贲亭酸甲酯常温储存60天,其各项指标应符合标准要求。

附 录 A

(资料性)

贡亭酸甲酯其他名称、结构式和基本物化参数

A.1 贡亭酸甲酯的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

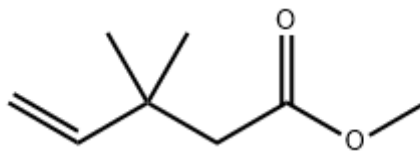
——英文名称：Methyl 3,3-dimethyl-4-pentenoate；

——CAS登录号：63721-05-1；

——化学名称：3,3-二甲基-4-戊烯酸甲基酯；

——通用名称：贡亭酸甲酯；

——结构式：

——分子式：C₈H₁₄O₂；

——相对分子质量：142.2；

——沸点：59 °C/33 mmHg；

——溶解性：溶于乙醇、乙酸乙酯、乙醚等有机溶剂，不溶于水。