

团 体 标 准

T/CCPIA XXXX—XXXX

农药中间体 三氟氯菊酸

Pesticide intermediate—Lambda-cyhalothrin Acid

（征求意见稿）

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - 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：

本文件主要起草人：

农药中间体 三氟氯菊酸

1 范围

本标准规定了三氟氯菊酸的技术要求、试验方法、检验规则、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运。

本标准适用于三氟氯菊酸产品的质量控制。

注：三氟氯菊酸的其他名称、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 617—2006 化学试剂熔点范围测定通用方法

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 3796 农药包装通则

GB/T 1604—1995 商品农药验收规则

GB/T 1605—2001 商品农药采集方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 技术要求

4.1 外观

类白色或白色固体粉末，无可见外来杂质。

4.2 技术指标

三氟氯菊酸应符合表1要求。

表1 三氟氯菊酸控制项目指标

项 目	指 标
三氟氯菊酸质量分数/%	≥99.0
丙酮不溶物质量分数/%	≤0.05
水分/%	≤0.3
熔点范围/℃	108~112
顺式体/反式体比例	99/1
正常生产时，丙酮不溶物每3个月至少测定一次。	

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

本文件所用试剂和水在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和蒸馏水。

5.2 取样

按 GB/T 1605—2001 中 5.3.2 进行。用随机数表法确定取样的包装件；最终取样量应不少于 100 g。

5.3 鉴别试验

5.3.1 红外光谱法

试样与三氟氯菊酸标样在 4000 cm^{-1} ~ 400 cm^{-1} 范围的红外吸收光谱应没有明显区别，三氟氯菊酸标样红外光谱图见图1。

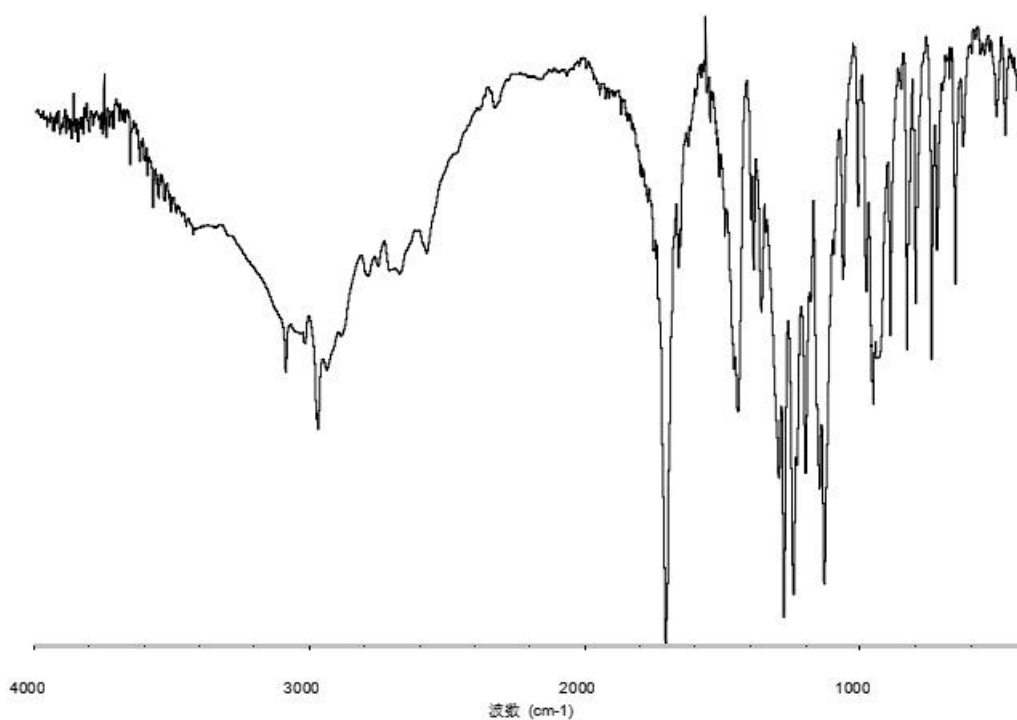


图1 三氟氯菊酸标样红外光谱图

5.3.2 气相色谱法

本鉴别试验可与三氟氯菊酸质量分数的测定同时进行，在相同的气谱操作条件下，试样溶液中某一色谱峰的保留时间与标样溶液中三氟氯菊酸色谱峰的保留时间，其相对差值应在 1.5 % 以内。

5.4 外观的测定

采用目测法测定。

5.5 三氟氯菊酸质量分数的测定

5.5.1 方法提要

试样用乙酸乙酯溶解,使用 HP-5 毛细管柱和氢焰离子化检测器,对三氟氯菊酸进行气相色谱分离和测定面积归一化法定量。

5.5.2 试剂和溶液

5.5.2.1 乙酸乙酯：色谱级。

5.5.3 仪器

5.5.3.1 气相色谱仪 （FID 氢火焰离子检测器）。

5.5.3.2 色谱柱：HP-5 30 m × 0.32 mm × 0.25 μm。

5.5.4 气相色谱操作条件

5.5.4.1 柱温：140 °C

5.5.4.2 汽化温度：250 °C

5.5.4.3 检测器温度：250 °C

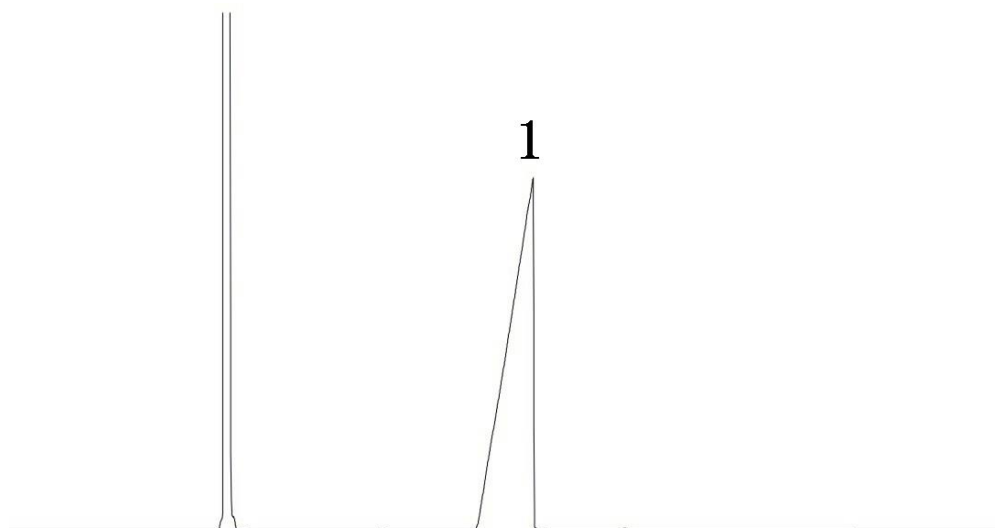
5.5.4.4 分流比：50：1

5.5.4.5 载气流量（N₂）：1 mL/min

5.5.4.6 氢气流量：30 mL/min

5.5.4.7 空气流量：300 mL/min

5.5.4.8 上述气相色谱操作条件，系典型操作参数。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。典型的三氟氯菊酸气相色谱图见图 2。



标引序号说明：

1——三氟氯菊酸。

图2 三氟氯菊酸气相色谱图

5.5.5 测定步骤

称取三氟氯菊酸样品约0.5 g溶于5 mL乙酸乙酯，溶解后摇匀、静置，用0.45 μm过滤膜过滤后进样，进样量为1 μL，做平行样。

5.5.6 计算

以面积百分数表示试样中的三氟氯菊酸含量 X_1 ，按下列公式计算：

$$X_1 = \frac{A}{\sum A_i} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：
A——试样中三氟氯菊酸的色谱峰面积；
 $\sum A_i$ ——试样中所有物质峰面积之和；

5.5.7 允许差

三氟氯菊酸含量以面积归一法进行计算，两次平行测定的结果之差值应不大于 0.5 %，取其算术平均值作为测定结果。

5.6 水分的测定

5.6.1 仪器设备

- 5.6.1.1 烘箱：100 ± 2 °C。
- 5.6.1.2 称量瓶：内径 10 cm，高 1 cm。
- 5.6.1.3 干燥器。

5.6.2 测定步骤

将称量瓶放入105 °C烘箱中烘1 h，取出放入干燥器内冷却至室温，称量(精确至0.000 2 g)。重复上述步骤，直至称量瓶质量恒定为止。在瓶内放置10 g试样，铺平，称量(精确至0.000 2 g)。将称量瓶放入100 °C烘箱中，不加盖，烘1 h后，盖上盖，取出并放入干燥器中冷却至室温，称量(精确至0.000 2 g)。

5.6.3 计算

以质量分数表示的试样中干燥减量 ω_1 %按式(1)计算：

$$\omega_1 = \frac{m_1 - m_2}{m_3} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：
 ω_1 ——水分质量分数，以%表示；
 m_1 ——烘干前试样和称量瓶的质量，单位为克（g）；
 m_2 ——烘干后试样和称量瓶的质量，单位为克（g）；
 m_3 ——试样的质量，单位为克（g）

5.7 丙酮不溶物的测定

按 GB/T 19138规定执行。

5.8 熔程

按 GB/T 617—2006 中4.2 规定执行。

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章技术指标中除丙酮不溶物以外的所有项目。

6.2 型式检验

型式检验项目为第4章中的全部项目，在正常连续生产情况下，每3个月至少进行一次。有下述情况之一，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 验收和质量保证期

7.1 验收

应符合 GB/T 1604—1995 的规定。

7.2 质量保证期

在规定的储运条件下，三氟氯菊酸的质量保证期，从生产日期算起为2年。质量保证期内，各项指标均应符合本文件要求。

8 标志、标签、包装、储运

8.1 标志、标签和包装

三氟氯菊酸的标志、标签、包装应符合GB 3796 的有关规定。三氟氯菊酸采用牛皮纸袋包装。根据用户要求或订货协议，可以采用其他形式的包装，但需符合GB 3796的规定。

8.2 储运

三氟氯菊酸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)

三氟氯菊酸的其他名称、结构式和基本物化参数

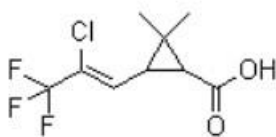
本产品有效成分三氟氯菊酸的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——ISO通用名称：Lambda-cyhalothrin Acid；

——CAS登录号：[72748-35-7]；

——化学名称：2，2-二甲基-3-（2-氯-3，3，3-三氟-1-丙烯基）-环丙酸；

——结构式：



——分子式：C₉H₁₀ClF₃O₂；

——相对分子质量：242.63；

——生物活性：杀虫。
