

团 体 标 准

T/CCPIA XXX—2024

农药中间体 水杨腈

Pesticide intermediate—2-Cyanophenol

（征求意见稿）

2024-XX-XX 发布

2024-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、XXX、XXX。

本文件主要起草人：XXX、XXX、XXX。

CCPIA 团体标准征求意见稿

农药中间体 水杨腈

1 范围

本文件规定了水杨腈的技术要求、检验规则、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运，描述了水杨腈的试验方法。

本文件适用于水杨腈产品的质量控制。

注：水杨腈及其杂质（水杨酰胺、水杨酸和邻氯苯甲酸）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 1600—2021 农药水分测定方法
- GB/T 1604—1995 商品农药验收规则
- GB/T 6678—2003 化工产品采样总则
- GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 19138—2003 农药丙酮不溶物测定方法
- GB 3796—2018 农药包装通则

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

白色至黄色固体

4.2 技术指标

水杨腈应符合表1要求。

表1 水杨腈技术指标

项 目	指 标
水杨腈质量分数/%	≥97.0
水杨酰胺质量分数/%	≤0.5
水杨酸质量分数/%	≤0.5
邻氯苯甲酸质量分数/%	≤0.1
水分/%	≤1.0
丙酮不溶物/%	≤0.5

5 试验方法

警告：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 6678—2003 中7.6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

高效液相色谱法——本鉴别试验可与水杨腈质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液中某一色谱峰的保留时间与标样溶液中水杨腈色谱峰的保留时间，其相对差应在1.5%以内。

5.4 外观

采用目测法测定。

5.5 水杨腈及其杂质（水杨酰胺、水杨酸和邻氯苯甲酸）质量分数

5.5.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+磷酸盐水溶液为流动相，使用以 C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长 240 nm 下，对试样中的水杨腈及其杂质（水杨酰胺、水杨酸和邻氯苯甲酸）进行高效液相色谱分离，有效成分采用外标法定量，杂质采用面积归一法定量。

5.5.2 试剂和溶液

5.5.2.1 乙腈：色谱级。

5.5.2.2 磷酸氢二钾。

5.5.2.3 磷酸。

5.5.2.4 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.5.2.5 水杨腈标样：已知质量分数， $w \geq 98.0\%$ 。

5.5.2.6 水杨酰胺标样：已知质量分数， $w \geq 98.0\%$ 。

5.5.2.7 水杨酸标样：已知质量分数， $w \geq 98.0\%$ 。

5.5.2.8 邻氯苯甲酸标样：已知质量分数， $w \geq 98.0\%$ 。

5.5.2.9 磷酸盐水溶液：称取 1.74 g 磷酸氢二钾到 1L 溶剂瓶中，加入 1000 mL 水，溶解后，使用磷酸调节 pH 值到 2.5。使用前用 0.45 μm 滤膜过滤。

5.5.3 仪器

5.5.3.1 高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

5.5.3.2 色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装 C_{18} 、5 μm 填充物（或具有同等效果的色谱柱）。

5.5.3.3 超声波清洗器。

5.5.3.4 过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm 。

5.5.4 高效液相色谱操作条件

5.5.4.1 流动相： Ψ （乙腈：磷酸盐水溶液）=20:80。

5.5.4.2 流速：1.5 mL/min。

5.5.4.3 柱温：25 ℃（温度变化应不大于 2 ℃）。

5.5.4.4 检测波长：240 nm。

5.5.4.5 进样体积：10 μ L。

5.5.4.6 保留时间：水杨酰胺约 8.0 min，水杨腈约 14.2 min，水杨酸约 16.1 min，邻氯苯甲酸约 17.7 min。

5.5.4.7 5.5.4.1~5.5.4.6 液相色谱操作条件，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。典型的水杨腈试样的高效液相色谱图见图1。

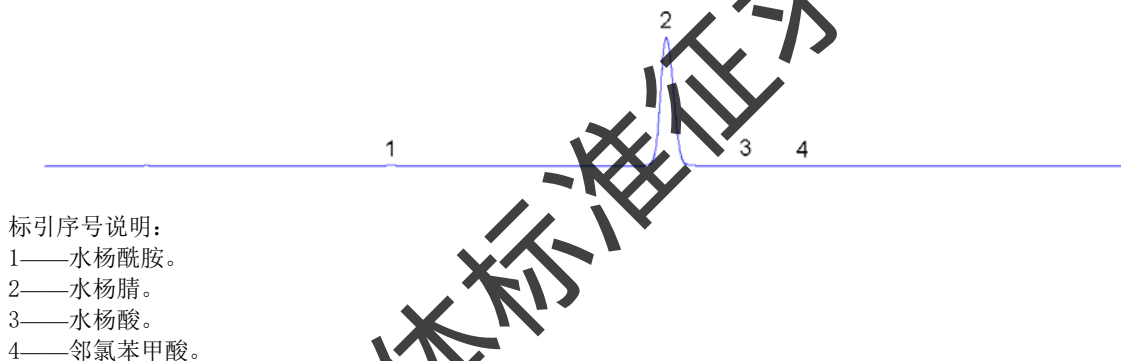


图1 水杨腈试样高效液相色谱图

5.5.5 测定步骤

5.5.5.1 标样溶液的制备

准确称取0.02 g（精确到0.00001 g）水杨腈标样，置于100 mL容量瓶中，加入约80 mL乙腈，超声振荡5 min，冷却至室温，用乙腈稀释至刻度，摇匀。

5.5.5.2 试样溶液的制备

准确称取0.02 g（精确到0.00001 g）水杨腈试样，置于100 mL容量瓶中，加入约80 mL乙腈，超声振荡5 min，冷却至室温，用乙腈稀释至刻度，摇匀，作为有效成分测定的试样溶液。

准确称取0.08 g（精确到0.00001 g）水杨腈试样，置于50 mL容量瓶中，加入约30 mL乙腈，超声振荡5 min，冷却至室温，用乙腈稀释至刻度，摇匀，作为杂质测定的试样溶液。

5.5.5.3 测定

在5.5.4操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针水杨腈峰面积相对变化小于1.2%后，按照标样溶液、有效成分测定试样溶液、有效成分测定试样溶液、标样溶液、杂质测定试样溶液、杂质测定试样溶液的顺序进行测定。

5.5.6 计算

5.5.6.1 有效成分（水杨腈）质量分数计算

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中水杨腈的峰面积分别进行平均，试样中水杨腈质量分数按公式（1）计算：

$$w_0 = \frac{A_2 \times m_1 \times w}{A_1 \times m_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- w_0 ——试样中水杨腈的质量分数，%；
- A_1 ——标样溶液中水杨腈峰面积的平均值；
- A_2 ——试样溶液中水杨腈峰面积的平均值；
- m_1 ——标样的质量的数值，单位为克（g）；
- m_2 ——试样的质量的数值，单位为克（g）；
- w ——标样中水杨腈的质量分数，%。

5.5.6.2 杂质（水杨酰胺、水杨酸和邻氯苯甲酸）质量分数计算

以面积百分数表示试样中的杂质质量分数，按公式（2）计算：

$$w_i = \frac{A_i G_i}{\sum_{i=1}^n A_i G_i} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- w_i ——试样中杂质的质量分数，%；
- A_i ——试样溶液中各组分峰面积；
- G_i ——校正系数。水杨腈校正系数为1.0；水杨酰胺校正系数为0.5；水杨酸校正系数为0.5；邻氯苯甲酸校正系数为1.2。

5.5.7 允许差

水杨腈质量分数两次平行测定结果之差不大于 1.2%，取其算术平均值作为测定结果。

5.6 水分

按 GB/T 1600—2021 中4.2规定执行。

5.7 丙酮不溶物

按 GB/T 19138-2003 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章中外观、水杨腈质量分数、水杨酰胺质量分数、水杨酸质量分数、邻氯苯甲酸质量分数、水分。

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,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

7.1 验收

应符合GB/T 1604的规定

7.2 质量保证期

在规定的运输和储运条件下,水杨腈的质量保证期从生产日期算起为2年,其各项指标应符合本文件要求。

8 标志、标签、包装、储运

8.1 标志、标签和包装

水杨腈的标志、标签和包装应符合 GB 3796 的规定

农药中间体水杨腈应采用清洁、干燥的薄膜内胆加编织袋或牛皮纸袋包装。也可以根据用户要求或订货协议,采用其他形式的包装,但应符合GB 3796的规定。

8.2 储运

水杨腈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。

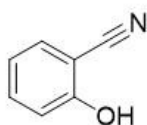
附录 A (资料性)

水杨腈及其杂质的其他名称、结构式和基本物化参数

A.1 水杨腈

水杨腈的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

- ISO通用名称：2-Cyanophenol；
- CAS登录号：611-20-1；
- 化学名称：邻羟基苯腈；
- 结构式：

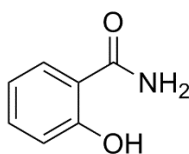


- 分子式： C_7H_5NO ；
- 相对分子质量：119.12；
- 熔点： $95\sim 98^{\circ}\text{C}$ ；
- 蒸气压： 0.17 Pa (25°C)；
- 溶解度：可溶于水；
- 稳定性：常温常压下，或不分解产物，与强氧化剂、强碱不相容。

A.2 水杨酰胺

水杨酰胺的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

- ISO通用名称：Salicylamide；
- CAS登录号：65-45-2；
- 化学名称：2-羟基苯甲酰胺；
- 结构式：



- 分子式： $C_7H_7NO_2$ ；
- 相对分子质量：137.136；
- 熔点： $140\sim 144^{\circ}\text{C}$ ；
- 溶解度：微溶于冷水，易溶于热水、醇(甲醇 0.1 g/mL)、醚和氯仿；
- 稳定性：稳定，感光，与强碱、强氧化剂不相容。

A.3 水杨酸

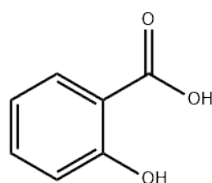
水杨酸的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——ISO通用名称：Salicylic acid；

——CAS登录号：69-72-7；

——化学名称：2-羟基苯甲酸；

——结构式：



——分子式：C₇H₆O₃；

——相对分子质量：138.12；

——熔点：158~161℃；

——溶解度：微溶于冷水，易溶于热水、乙醇、乙醚和丙酮，溶于热苯；

——稳定性：稳定，避免接触氧化剂、强碱、碘、氟，易燃，对光敏感。

A.4 邻氯苯甲酸

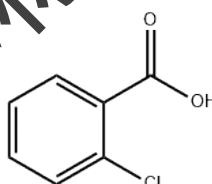
邻氯苯甲酸的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——ISO通用名称：2-Chlorobenzoic acid；

——CAS登录号：118-91-2；

——化学名称：邻氯苯甲酸；

——结构式：



——分子式：C₇H₅ClO₂；

——相对分子质量：156.57；

——熔点：138~140℃；

——溶解度：不溶于水，溶于甲醇、无水乙醇、乙醚；

——稳定性：稳定，可燃，与强碱、强氧化剂不相容。