

高效氯氟氰菊酯原药

该产品有效成分高效氯氟氰菊酯的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

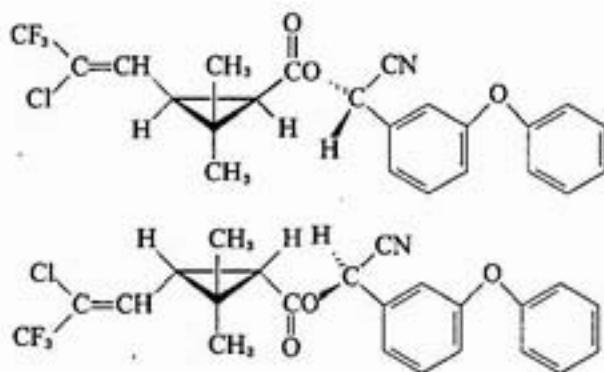
ISO 通用名称：lambda-cyhalothrin

CAS 登录号：91465-08-6

CIPAC 数字代码：463

化学名称：(S)- α -氰基-3-苯氧基苄基(Z)-(1R,3R)-3-(2-氯-3,3,3-三氟丙烯基)-2,2-二甲基环丙烷羧酸酯和(R)- α -氰基-3-苯氧基苄基(Z)-(1S,3S)-3-(2-氯-3,3,3-三氟丙烯基)-2,2-二甲基环丙烷羧酸酯。

结构式：



实验式： $C_{23}H_{19}ClF_3NO_2$

相对分子质量：449.9(按 2003 年国际相对原子质量计)。

生物活性：杀虫。

熔点：49.2℃。

蒸气压：200 nPa(20℃)、200 μ Pa(60℃)。

相对密度(25℃)：1.33。

溶解度(20℃, g/L)：水中 5×10^{-6} (pH 值 6.5)、 4×10^{-6} (pH 值 5.0)；在丙酮、甲醇、甲苯、正己烷、乙酸乙酯中 >500。

稳定性：对光稳定；在 15℃~25℃ 条件下贮存 6 个月以上稳定；在酸性条件下稳定；在碱性介质中水解。

1 范围

本标准规定了高效氯氟氰菊酯原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由高效氯氟氰菊酯和生产中产生的杂质组成的高效氯氟氰菊酯原药。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 601—2002 化学试剂 标准滴定溶液的制备

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—2001 商品农药采样方法
 GB 3796 农药包装通则
 GB/T 19138 农药丙酮不溶物测定方法

3 要求

- 3.1 组成和外观,本品应由高效氯氟氰菊酯和相关的生产杂质组成,应为白色至棕黄色固体,无可见的外来物和添加的改性剂。
 3.2 高效氯氟氰菊酯原药应符合表1要求。

表1 高效氯氟氰菊酯原药质量控制项目指标

项 目	指 标
高效氯氟氰菊酯质量分数/%	≥ 95.0
酸度(以 H ₂ SO ₄ 计)/%	≤ 0.3
水分/%	≤ 0.5
丙酮不溶物质量分数*/%	≤ 0.5

* 丙酮不溶物,每3个月至少测定一次。

4 试验方法

4.1 抽样

按 GB/T 1605—2001 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。

4.2 鉴别试验

下列方法可任选其一。当用一种方法不能确定时,应再使用另一种方法加以确定。

红外光谱法——试样的红外光谱图与高效氯氟氰菊酯的标准红外光谱图(见图1),应没有明显区别。



图1 高效氯氟氰菊酯的标准红外光谱图

气相色谱法——本鉴别试验可与高效氯氟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,试样溶液中某个色谱峰的保留时间与标样溶液中高效氯氟氰菊酯的色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

液相色谱法——本鉴别试验可与高效氯氟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,试样溶液中某个色谱峰的保留时间与标样溶液中高效氯氟氰菊酯的色谱峰的保留时间,其相对差值应在1.5%以内。

4.3 高效氯氟氰菊酯质量分数的测定

4.3.1 液相色谱法(仲裁法)

4.3.1.1 方法提要

试样用正己烷+四氢呋喃溶解,以正己烷+四氢呋喃为流动相,使用 ZORBAX RX-SIL 为填充物的不锈钢柱和紫外检测器,对试样中的高效氯氟氰菊酯进行正相液相色谱分离和测定。

4.3.1.2 试剂和溶液

正己烷:色谱纯;

四氢呋喃:色谱纯;

高效氯氟氰菊酯标样:已知质量分数 $\geq 98.0\%$

4.3.1.3 仪器

液相色谱仪,具有紫外可变波长检测器和定量进样阀;

色谱数据处理机或色谱工作站;

色谱柱:4.6 mm(i. d.) \times 250 mm 不锈钢柱,内装 ZORBAX RX-SIL、粒径为 5 μ m 的填充物(或具有相同柱效的其他正相色谱柱);

过滤器:滤膜孔径约 0.45 μ m;

微量进样器:50 μ L。

4.3.1.4 液相色谱操作条件

流动相:体积比 ϕ (正己烷:四氢呋喃)=99.3:0.7;

流动相流量:2.0 mL/min;

柱温:室温(温差变化应不大于 2 $^{\circ}$ C);

检测波长:278 nm;

进样体积:10 μ L;

保留时间:高效氯氟氰菊酯约 15.2 min;

上述液相色谱操作条件,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。典型的高效氯氟氰菊酯原药的液相色谱图见图 2。



1——高效氯氟氰菊酯。

图 2 高效氯氟氰菊酯原药的液相色谱图

4.3.1.5 测定步骤

4.3.1.5.1 标样溶液的配制

称取高效氯氟氰菊酯标样 0.05 g(精确至 0.000 2 g),置于 50 mL 容量瓶中,加入 40 mL 流动相,放入超声波浴槽中超声溶解 10 min。取出,冷却至室温后,用流动相定容,摇匀。

4.3.1.5.2 试样溶液的配制

称取试样 0.05 g(精确至 0.000 2 g),置于 50 mL 容量瓶中,加入 40 mL 流动相,放入超声波浴槽中超声溶解 10 min。取出,冷却至室温后,用流动相定容,摇匀。

4.3.1.5.3 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,直至相邻两针高效氯氟氰菊酯峰面积相对变化小于 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样分析。

4.3.1.6 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高效氯氟氰菊酯的峰面积分别进行平均。试样中高效氯氟氰菊酯的质量分数 w_1 (%) 按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times w}{A_1 \times m_2} \quad \text{-----(1)}$$

式中:

A_1 ——标样溶液中高效氯氟氰菊酯峰面积的平均值;

A_2 ——试样溶液中高效氯氟氰菊酯峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量,单位为克(g);

m_2 ——试样的质量,单位为克(g);

w ——标样中高效氯氟氰菊酯的质量分数, %。

4.3.1.7 允许差

高效氯氟氰菊酯质量分数的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。

4.3.2 毛细管柱气相色谱法

4.3.2.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解,以邻苯二甲酸二环己酯为内标物,使用 HP-5(5% 苯甲基硅酮)涂壁的石英毛细管柱,分流进样装置和氢火焰离子化检测器,对试样中的高效氯氟氰菊酯进行毛细管气相色谱分离和测定。

4.3.2.2 试剂和溶液

三氯甲烷;

高效氯氟氰菊酯标样:已知质量分数 $\geq 98.0\%$;

邻苯二甲酸二环己酯:不含有干扰分析的杂质;

内标溶液:称取 8.0 g 的邻苯二甲酸二环己酯,于 1 000 mL 的容量瓶中,用三氯甲烷溶解、定容、摇匀。

4.3.2.3 仪器

气相色谱仪:具氢火焰离子化检测器;

色谱柱:30 m \times 0.32 mm(i.d.) 石英毛细柱,内壁涂 HP-5(5% 苯甲基硅酮),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。

4.3.2.4 气相色谱操作条件

温度:柱室 230 $^{\circ}\text{C}$ 、气化室 280 $^{\circ}\text{C}$ 、检测室 280 $^{\circ}\text{C}$;

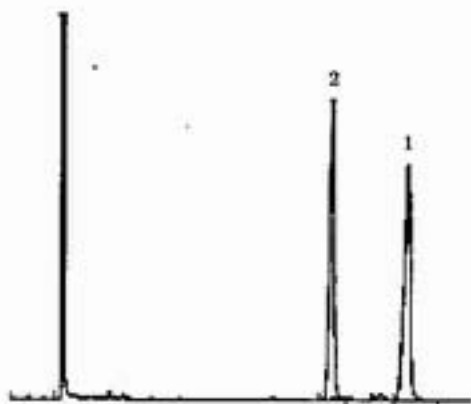
气体流量:载气(N_2)2.0 mL/min、补偿气(N_2)25 mL/min、氢气 40 mL/min、空气 300 mL/min;

分流比:40:1;

进样体积:1.0 μL;

保留时间:高效氯氟氰菊酯约 8.6 min、内标物约 7.0 min。

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。典型的高效氯氟氰菊酯原药的气相色谱图见图 3。



1——高效氯氟氰菊酯;

2——内标物。

图 3 高效氯氟氰菊酯原药的气相色谱图

4.3.2.5 测定步骤

4.3.2.5.1 标样溶液的配制

称取高效氯氟氰菊酯标样 0.1 g(精确至 0.000 2 g)于 15 mL 具塞小瓶中,用移液管加入 10.00 mL 内标溶液,摇匀。

4.3.2.5.2 试样溶液的配制

称取试样 0.1 g(精确至 0.000 2 g),于 15 mL 具塞小瓶中,用移液管加入 10.00 mL 内标溶液,摇匀。

4.3.2.5.3 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,直至相邻两针高效氯氟氰菊酯与内标物的峰面积比的相对变化小于 1.0%后,按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行分析测定。

4.3.2.6 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高效氯氟氰菊酯与内标物的峰面积比分别进行平均。试样中高效氯氟氰菊酯质量分数 w_1 (%)按式(2)计算:

$$w_1 = \frac{r_2 \times m_1 \times w}{r_1 \times m_2} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

r_1 ——标样溶液中高效氯氟氰菊酯与内标物峰面积比的平均值;

r_2 ——试样溶液中高效氯氟氰菊酯与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——标样的质量,单位为克(g);

m_2 ——试样的质量,单位为克(g);

w ——标样中高效氯氟氰菊酯的质量分数, %。

4.3.2.7 允许差

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。

4.4 酸度的测定

4.4.1 试剂和溶液

95%乙醇；

氢氧化钠标准滴定溶液 $c(\text{NaOH})=0.02 \text{ mol/L}$ ，按 GB/T 601—2002 中 4.1 配制和标定；

甲基红：1 g/L 乙醇溶液；

溴甲酚绿：1 g/L 乙醇溶液；

混合指示剂：取 2 mL 甲基红乙醇溶液和 10 mL 溴甲酚绿乙醇溶液，混合均匀。

4.4.2 测定步骤

称取试样 2 g(精确至 0.002 g)，置于一个 250 mL 锥形瓶中，加入 95%乙醇 50 mL，摇动使试样溶解。加入 6 滴混合指示剂，用 0.02 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液滴定，溶液由红色变为亮绿色即为终点。同时做空白测定。

4.4.3 计算

试样的酸度 w_2 (%)，按式(3)计算：

$$w_2 = \frac{c \cdot M \cdot (V_1 - V_2)}{1\,000m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中：

 c ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升(mol/L)； V_1 ——滴定试样溶液，消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)； V_2 ——滴定空白溶液，消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)； m ——试样的质量，单位为克(g)； M ——硫酸的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)， $[M(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4)=49 \text{ g/mol}]$ 。

4.5 丙酮不溶物的测定

按 GB/T 19138 进行。

4.6 水分的测定

按 GB/T 1600 中的“卡尔·费休法”进行。

4.7 产品的检验与验收

产品的检验与验收，应符合 GB/T 1604 的规定。极限数值的处理，采用修约值比较法。

5 标志、标签、包装、贮运

5.1 高效氯氟氰菊酯原药的标志，标签应符合 GB 3796 的规定。高效氯氟氰菊酯原药应用清洁的塑料桶、衬塑铁桶或纸板桶包装，注意不能使其直接接触金属。每桶净含量一般为 50 kg 或 200 kg。

5.2 也可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。

5.3 高效氯氟氰菊酯原药包装件应贮存在通风、干燥的库房中。

5.4 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。

5.5 安全：本品属毒性较高的拟除虫菊酯农药，吞嚥和吸入均有毒，可经皮肤渗入。使用本品时要戴护镜和胶皮手套以及其他必要的防护衣物。如皮肤、眼睛不慎沾上本品，应立即用大量清水冲洗。误服者立即用盐水或芥末水催吐并立即送医院急救。

5.6 验收期：高效氯氟氰菊酯原药的验收期为 1 个月。从交货之日起，在 1 个月内完成产品的质量验收，其各项指标均应符合标准要求。