



中华人民共和国国家标准

GB/T 20695—2021
代替 GB/T 20695—2006

高效氯氟氰菊酯原药

Lambda-cyhalothrin technical material

2021-03-09 发布

2021-10-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 20695—2006《高效氯氟氰菊酯原药》，本标准与 GB/T 20695—2006 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 修改了外观的描述(见 3.1, 2006 年版的 3.1)；
- 修改了高效氯氟氰菊酯质量分数指标(见 3.2, 2006 年版的 3.2)；
- 修改了水分指标(见 3.2, 2006 年版的 3.2)；
- 修改了丙酮不溶物指标(见 3.2, 2006 年版的 3.2)；
- 修改了气相色谱法内标溶液的溶剂(见 4.3.2.2.5, 2006 年版的 4.3.2.2)；
- 修改了酸度的测定方法(见 4.5, 2006 年版的 4.4)；
- 将“抽样”调整至“检验规则”一章，标题改为“采样”(见 5.1, 2006 年版的 4.1)；
- 增加了“检验规则”一章(见第 5 章)；
- 删除了验收期指标，增加了质量保证期指标(见 6.2, 2006 年版的 5.6)。

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/TC 133)归口。

本标准起草单位：江苏扬农化工股份有限公司、江苏春江润田农化有限公司、创新美兰(合肥)股份有限公司、江苏常隆农化有限公司、沈阳化工研究院有限公司。

本标准主要起草人：杨闻翰、姜友法、张丹、钱晖、陈碧云、芮燕春、薛刚、张嘉月。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 20695—2006。



高效氯氟氰菊酯原药

1 范围

本标准规定了高效氯氟氰菊酯原药的技术要求、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。

本标准适用于由高效氯氟氰菊酯及其生产中产生的杂质组成的高效氯氟氰菊酯原药。

注：高效氯氟氰菊酯的其他名称、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 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—2011 农药酸(碱)度测定方法 指示剂法



3 技术要求

3.1 外观

类白色固体，无可见的外来物和添加的改性剂。

3.2 技术指标

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的技术指标

项 目	指 标
高效氯氟氰菊酯质量分数/%	≥96.0
水分/%	≤0.3
酸度(以 H ₂ SO ₄ 计)/%	≤0.3
丙酮不溶物 ^a /%	≤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

警示:使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准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,并保证符合国家有关法规的规定。

4.1 一般规定

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中的 4.3.3 进行。

4.2 鉴别试验

下列方法任选其一。当用一种方法不能确定时,应再使用另一种方法加以确定。

- a) 红外光谱法——试样与高效氯氟氰菊酯标样在 $400\text{ cm}^{-1}\sim 4\,000\text{ cm}^{-1}$ 范围的红外吸收光谱图应没有明显区别。高效氯氟氰菊酯标样红外光谱图见图 1。

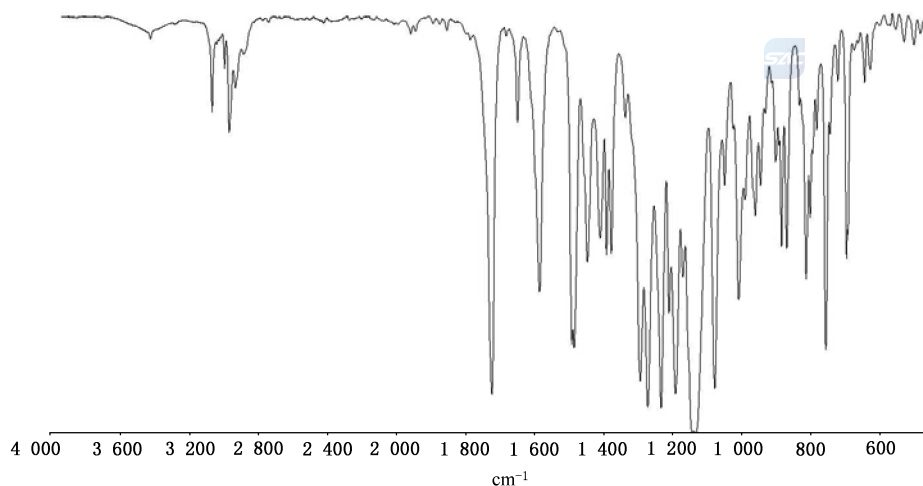


图 1 高效氯氟氰菊酯标样的红外光谱图

- b) 高效液相色谱法——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。
- c) 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。

4.3 高效氯氟氰菊酯质量分数的测定

4.3.1 高效液相色谱法(仲裁法)

4.3.1.1 原理

试样用流动相溶解,以正己烷+四氢呋喃为流动相,使用以硅胶为填料的不锈钢柱和紫外检测器,在波长 278 nm 下,对试样中的高效氯氟氰菊酯进行正相高效液相色谱分离,外标法定量。

4.3.1.2 试剂或材料

4.3.1.2.1 正己烷:色谱纯。

4.3.1.2.2 四氢呋喃。

4.3.1.2.3 高效氯氟氰菊酯标样:已知高效氯氟氰菊酯质量分数, $w \geq 98.0\%$ 。

4.3.1.3 仪器设备

4.3.1.3.1 高效液相色谱仪:具有可变波长紫外检测器。

4.3.1.3.2 色谱数据处理机或工作站。

4.3.1.3.3 色谱柱:250 mm×4.6 mm(i.d.)不锈钢柱,内装硅胶、5 μm 填充物(或同等效果的色谱柱)。

4.3.1.3.4 过滤器:滤膜孔径约 0.45 μm 。

4.3.1.3.5 定量进样管:10 μL 。

4.3.1.3.6 超声波清洗器。

4.3.1.4 高效液相色谱操作条件

4.3.1.4.1 流动相: ϕ (正己烷:四氢呋喃)=99.3:0.7,经滤膜过滤,并进行脱气。

4.3.1.4.2 流速:2.0 mL/min。

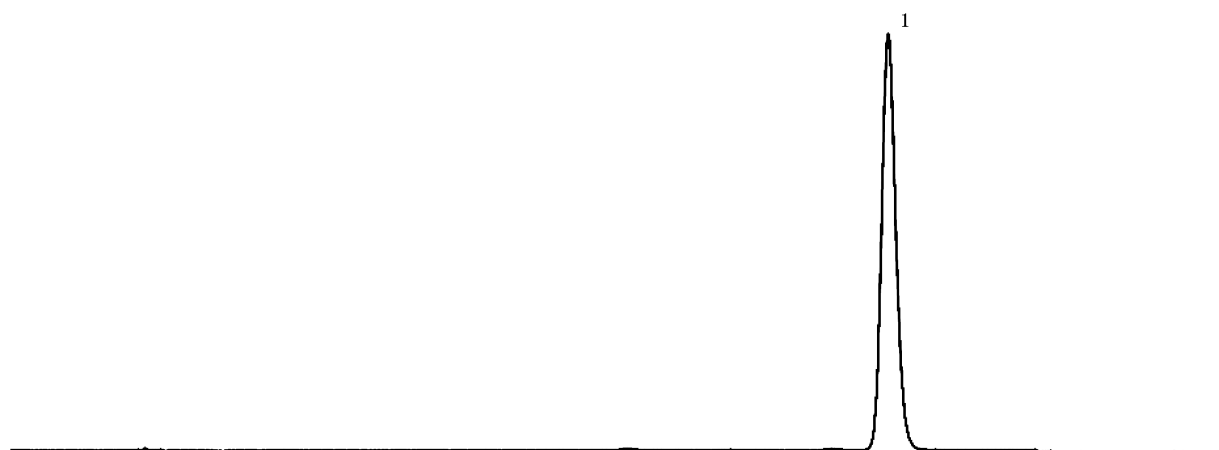
4.3.1.4.3 柱温:室温(温度变化应不大于 2 $^{\circ}\text{C}$)。

4.3.1.4.4 检测波长:278 nm。

4.3.1.4.5 进样体积:10 μL 。

4.3.1.4.6 保留时间:高效氯氟氰菊酯约 15 min。

4.3.1.4.7 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。典型的高效氯氟氰菊酯原药高效液相色谱图见图 2。



说明:

1——高效氯氟氰菊酯。

图 2 高效氯氟氰菊酯原药的高效液相色谱图

4.3.1.5 试验步骤

4.3.1.5.1 标样溶液的制备

称取 0.05 g(精确至 0.000 1 g)高效氯氟氰菊酯标样于 50 mL 容量瓶中,加入 40 mL 流动相,超声

波振荡 10 min 使之溶解,冷却至室温,用流动相定容至刻度,摇匀。

4.3.1.5.2 试样溶液的制备

称取 0.05 g(精确至 0.000 1 g)高效氯氟氰菊酯原药试样于 50 mL 容量瓶中,加入 40 mL 流动相,超声波振荡 10 min 使之溶解,冷却至室温,用流动相定容至刻度,摇匀。

4.3.1.5.3 测定

在上述操作条件下,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的峰面积相对变化小于 1.5% 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。

4.3.1.6 试验数据处理

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质量分数按式(1)计算:

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

式中:

w_1 ——试样中高效氯氟氰菊酯质量分数,以%表示;

A_2 ——试样溶液中,高效氯氟氰菊酯的峰面积的平均值;

m_1 ——高效氯氟氰菊酯标样的质量,单位为克(g);

w ——高效氯氟氰菊酯标样的质量分数,以%表示;

A_1 ——标样溶液中,高效氯氟氰菊酯的峰面积的平均值;

m_2 ——试样的质量,单位为克(g)。

高效氯氟氰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。

4.3.2 气相色谱法

4.3.2.1 原理

试样用丙酮溶解,以邻苯二甲酸二环己酯为内标物,使用键合 DB-5 的毛细管柱和氢火焰离子化检测器对试样中的高效氯氟氰菊酯进行气相色谱的分离,内标法定量。

4.3.2.2 试剂或材料

4.3.2.2.1 丙酮。

4.3.2.2.2 三氟乙酸。

4.3.2.2.3 高效氯氟氰菊酯标样:已知高效氯氟氰菊酯质量分数, $w \geq 98.0\%$ 。

4.3.2.2.4 内标物:邻苯二甲酸二环己酯,应没有干扰分析的杂质。

4.3.2.2.5 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,加入 2 mL 三氟乙酸后用丙酮定容,摇匀。

4.3.2.3 仪器设备

4.3.2.3.1 气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器。

4.3.2.3.2 色谱数据处理机或工作站。

4.3.2.3.3 色谱柱:30 m×0.32 mm(i.d.)毛细管柱,键合 DB-5(5%苯甲基硅酮),膜厚 0.25 μm(或同等效果的色谱柱)。

4.3.2.4 气相色谱操作条件

4.3.2.4.1 温度(℃):柱温 230、气化室 280、检测室 280。

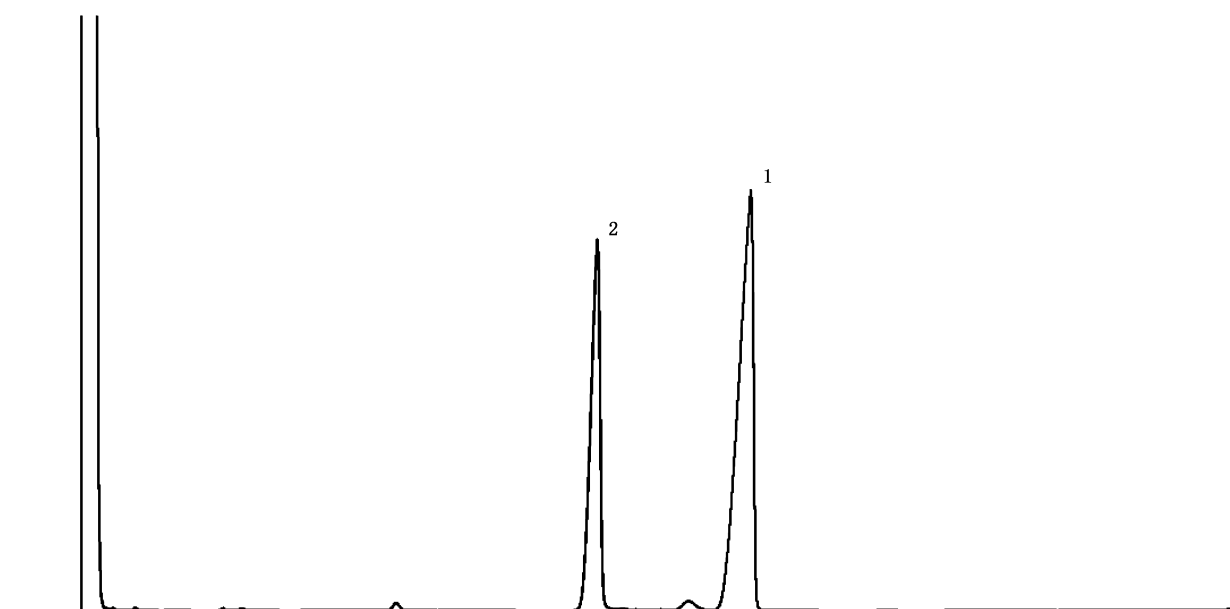
4.3.2.4.2 气体流量(mL/min):载气(N₂)2.0、氢气 30、空气 300。

4.3.2.4.3 分流比:30:1。

4.3.2.4.4 进样体积:1.0 μL。

4.3.2.4.5 保留时间:高效氯氟氰菊酯约 9.0 min、内标物约 7.0 min。

4.3.2.4.6 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。典型的高效氯氟氰菊酯原药与内标物的气相色谱图见图 3。



说明:

1——高效氯氟氰菊酯;

2——内标物。

图 3 高效氯氟氰菊酯原药与内标物的气相色谱图

4.3.2.5 试验步骤

4.3.2.5.1 标样溶液的制备

称取 0.1 g(精确至 0.000 1 g)高效氯氟氰菊酯标样于 15 mL 具塞小瓶中,用移液管加入 10 mL 内标溶液,摇匀。

4.3.2.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.1 g(精确至 0.000 1 g)高效氯氟氰菊酯的试样于 15 mL 具塞小瓶中,用与 4.3.2.5.1 的同一支移液管加入 10 mL 内标溶液,摇匀。

4.3.2.5.3 测定

在上述操作条件下,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之比相对变化小于 1.5%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。

4.3.2.6 试验数据处理

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按式(2)计算:

$$\omega_1 = \frac{r_2 \times m_1 \times \omega}{r_1 \times m_2} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

ω_1 ——试样中高效氯氟氰菊酯质量分数,以%表示;

r_2 ——试样溶液中,高效氯氟氰菊酯与内标物的峰面积比的平均值;

m_1 ——高效氯氟氰菊酯标样的质量,单位为克(g);

ω ——高效氯氟氰菊酯标样的质量分数,以%表示;

r_1 ——标样溶液中,高效氯氟氰菊酯与内标物的峰面积比的平均值;

m_2 ——试样的质量,单位为克(g)。

高效氯氟氰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。

4.4 水分的测定

按 GB/T 1600—2001 中 2.1 进行。

4.5 酸度的测定

按 GB/T 28135—2011 中 3.4.1 进行。

4.6 丙酮不溶物的测定

按 GB/T 19138 进行。

5 检验规则

5.1 采样

按 GB/T 1605—2001 中 5.3.1 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。

5.2 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。出厂检验项目为外观、高效氯氟氰菊酯质量分数、水分和酸度。

5.3 型式检验

型式检验项目为第 3 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。

5.4 判定规则

按第 3 章要求检验项目,任一项不符合规定的产品均判为该批次产品不合格。

6 验收和质量保证期

6.1 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

6.2 质量保证期

在规定的储运条件下,高效氯氟氰菊酯原药的质量保证期从生产日期算起为 2 年。质量保证期内,各项指标均应符合标准要求。

7 标志、标签、包装、储运

7.1 标志、标签、包装

高效氯氟氰菊酯原药的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定;高效氯氟氰菊酯原药采用塑料桶、编织袋内衬塑料袋、铁桶内衬塑料袋或纸板桶包装,注意不能使其直接接触金属,每件净含量不宜超过 50 kg;也可根据用户要求和订货协议采用其他形式的包装,但需符合 GB 3796 的规定。

7.2 储运

高效氯氟氰菊酯原药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

(资料性附录)

高效氯氟氰菊酯的其他名称、结构式和基本物化参数

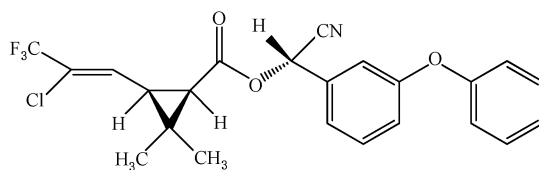
本产品有效成分高效氯氟氰菊酯的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO 通用名称： λ -cyhalothrin

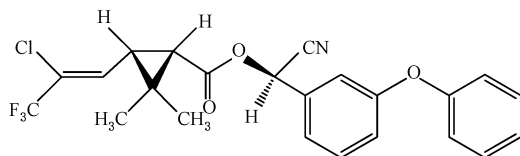
CAS 号：91465-08-6

化学名称：为混合物，含等量的 (*S*)- α -氰基-3-苯氧基苄基-(*Z*)-(1*R*,3*R*)-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*)-(1*S*,3*S*)-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：



(*S*)-(1*R*, 3*R*)-异构体



(*R*)-(1*S*, 3*S*)-异构体

实验式： $C_{23}H_{19}ClF_3NO_3$

相对分子质量：449.9

生物活性：杀虫

熔点(°C)：49.2

溶解度(20 °C~25 °C)：水中 0.005 mg/L(pH 6.5)；丙酮、甲醇、甲苯、正己烷和乙酸乙酯中 >500 g/L

稳定性：对光稳定；在 15 °C~25 °C 条件下可稳定储存 6 个月以上；在酸性条件下稳定；在碱性介质中水解