

ICS 71.080.10

CCS G 17

C I E S C

中国化工学会团体标准

T/CIESC XXXX-XXXX

工业用芳基吡唑腈

Industrial aryl pyrazole nitrile

(征求意见稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中国化工学会 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。

本文件由中国化工学会提出并归口。

本文件起草单位：。

本文件主要起草人：。

# 工业用芳基吡唑脒

警示——本文件并未指出所有可能的安全问题。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规定的条件。

## 1 范围

本文件规定了工业用芳基吡唑脒的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

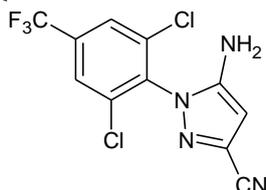
本文件适用于以2, 6-二氯-4-三氟甲基苯胺和2, 3-二氰基丙酸乙酯为原料制得的工业用芳基吡唑脒。主要用于新型农药氟虫脒的合成。

名称：芳基吡唑脒

别名：5-氨基-3-氰基-1-(2, 6-二氯-4-三氟甲基苯基)吡唑；吡唑环；二氮环戊二烯；5-氨基-1-(2,6-二氯-4-三氟甲基苯基)吡唑-3-脒；氟虫脒中间体；5-氨基-1-(2,6-二氯-4-三氟甲基苯基)-3-氰基吡唑。

分子式： $C_{11}H_5Cl_2F_3N_4$

结构简式：



相对分子质量：321.09（按2022年国际相对原子质量）

## 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 包装储运图示标志
- GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备
- GB/T 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法（通用方法）
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- GB/T 6679 固体化工产品采样通则
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 26792 高效液相色谱仪

## 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

工业用芳基吡唑脒的技术要求应符合表1的规定。

表1 工业用芳基吡啶脒的技术要求

项 目	指 标	
	一级品	合格品
外观	浅黄色至棕色粉末，无可见机械杂质。	
芳基吡啶脒, w /%	≥ 98.00	97.00
RPA <sup>a</sup> , w /%	≤ 0.30	0.50
其他单一杂质, w /%	≤ 0.10	0.2
水分, w /%	≤ 0.20	0.20
溶剂（甲苯），w /%	≤ 0.20	0.50
丙酮不溶物, w /%	≤ 0.20	0.50
<sup>a</sup> RPA 化学品名称为：5-氨基-3-氰基-1-[2, 6-二氯-4-(三氟甲基)苯基]-吡啶-4-甲酸乙酯		

## 5 试验方法

**警示**——试验方法规定的一些过程可能导致危险情况。操作者应采取适当的安全和防护措施。

### 5.1 一般规定

除非另有规定，本文件所用的试剂和水，均指分析纯试剂和符合GB/T 6682规定的三级水。本文件所用标准滴定溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603的规定制备。

### 5.2 外观

取适量试样置于比色皿或滤纸上，在日光灯或自然光下目测观察。

### 5.3 芳基吡啶脒、RPA、其他单一杂质的测定

#### 5.3.1 方法提要

采用液相色谱法，在选定的工作条件下，试样溶液通过色谱柱，使各组分得到分离，用紫外检测器检测。外标定量法计算芳基吡啶脒的含量，面积归一化法计算RPA和其他单一杂质。

#### 5.3.2 试剂和材料

5.3.2.1 芳基吡啶脒标准样品：含量≥99.0%。

5.3.2.2 乙腈：色谱纯。

5.3.2.3 甲醇：色谱纯。

5.3.2.4 甲酸：99%无水甲酸。

5.3.2.5 流动相 A 相：水（含 0.05%甲酸）。1000 mL 水中加 0.5mL 甲酸。

5.3.2.6 流动相 B 相：甲醇/乙腈（含 0.05%甲酸）。820 mL 甲醇加 180 mL 乙腈配置成溶液，加入 0.05 mL 甲酸。

5.3.2.7 二次蒸馏水。

#### 5.3.3 仪器和设备

5.3.3.1 高效液相色谱仪：配有紫外可变波长检测器和色谱数据处理机，灵敏度和稳定性应符合GB/T 26792 的规定，并具备梯度洗脱功能。

5.3.3.2 定量环：5 μL。

5.3.3.3 进样器：100 μL 进样器。

5.3.3.4 分析天平：感量 0.0001 g。

#### 5.3.4 试验条件

推荐的色谱操作条件见表2，流动相及梯度洗脱条件见表3，典型色谱图及各组分保留时间参见附录A，其他能够达到同等分离程度的色谱柱和色谱操作条件均可使用。

表2 推荐的色谱操作条件

项 目	参 数
色谱柱	ZORBAX Eclipse Plus C18或类似功能的其他色谱柱
柱内径×柱长/粒径	4.6 mm×50 mm/1.8 μm
柱温/°C	50
检测波长/nm	273
流动相流速/(mL/min)	1.0
进样体积/μL	5

表3 流动相及梯度洗脱条件

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%
0	80	20
1.3	54	46
5.5	51	49
9.5	10	90
15	10	90
15.1	80	20
19	80	20

注：9.5 min ~15 min为恒流，15 min ~15.1 min在0.1 min内变化至80/20，然后至19 min保持恒流。

### 5.3.5 分析步骤

#### 5.3.5.1 标准溶液的制备

称取芳基吡唑啉腈标样0.25 g（精确至0.0001 g），置于50 mL容量瓶中，加20 mL乙腈充分溶解后定容、摇匀，用移液管移取5 mL芳基吡唑啉腈标准溶液于25 mL容量瓶中，用乙腈溶液定容，摇匀备用。

#### 5.3.5.2 试样溶液的制备

称取芳基吡唑啉腈试样0.25 g（精确至0.0001 g），置于50 mL容量瓶中，加20 mL乙腈充分溶解后定容、摇匀，用移液管移取5 mL溶液置于25 mL容量瓶中，用乙腈溶液定容，摇匀备用。

确认溶剂中各组分不干扰试样的检测，溶剂中各组分峰都不参与定量计算。

#### 5.3.5.3 试样测定

按仪器说明书开启色谱仪，按表2中的色谱条件设定仪器的操作参数，待仪器系统稳定后，用微量进样器取试样注入色谱仪，用色谱工作站记录各组分的峰面积，待相邻两针有效峰峰面积相对值不超过1.0%时，开始进行试样分析。按标准/试样/试样/标准的顺序进样，且两针标准的峰面积相对值不超过1.0%，采用外标法计算结果。

#### 5.3.5.4 结果计算

芳基吡唑啉腈的含量 $w_1$ ，以 %（质量分数）表示，按式（1）计算：

$$w_1 = \frac{S_1 \times m_0 \times w_0}{m \times S_0} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$S_1$ ——试样溶液芳基吡唑啉腈的色谱峰面积；

$S_0$ ——标准溶液芳基吡唑啉腈的色谱峰面积；

$m_0$ ——芳基吡唑啉腈标准试样的质量，单位为克（g）；

$w_0$ ——芳基吡唑啉腈标准试样的纯度，以质量分数（%）表示；

$m$ ——试样质量，单位为克（g）。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，计算结果保留到小数点后两位，两次平行测定结果的绝对差值应不大于0.20%。

RPA和其他单一杂质的含量 $w_2$ ，以%（质量分数）表示，按式（2）计算：

$$w_2 = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$A_i$ ——试样中RPA或其他单一杂质各组分的峰面积；

$\sum A_i$ ——各组分的峰面积的总和（不含空白样中的峰面积）。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，计算结果保留到小数点后两位，两次平行测定结果的绝对差值，RPA不大于0.03%，其他单一杂质不大于0.02%。

## 5.4 水分的测定

按GB/T 6283的规定进行测定。

## 5.5 溶剂（甲苯）的测定

### 5.5.1 方法提要

用干燥减量法测得的溶剂和水分含量之和，减去5.4测得的水分含量即为溶剂含量。

### 5.5.2 仪器和设备

5.5.2.1 称量瓶：扁形带盖，容量为加入试样后，试样厚度小于2 mm。

5.5.2.2 电热恒温干燥箱：温度能控制在105℃（精度±1℃）。

5.5.2.3 干燥器：内盛适当的干燥剂，如变色硅胶等。

5.5.2.4 分析天平：感量0.0001 g。

### 5.5.3 试验步骤

称取试样约4 g（精确至0.0001g）置于预先在（105±2）℃干燥至恒重的称量瓶中，置于（105±2）℃烘箱中恒温干燥1 h，取出置于干燥器内冷却至室温，称重。

### 5.5.4 结果计算

溶剂（甲苯）的含量 $w_3$ ，以%（质量分数）表示，按式（3）计算：

$$w_3 = \frac{m_1 - m_2}{m_1 \times m_0} \times 100 - w_{\text{水}} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

$m_0$ ——称量瓶质量，单位为克（g）；

$m_1$ ——干燥前试样和称量瓶的质量，单位为克（g）；

$m_2$ ——干燥后试样和称量瓶的质量，单位为克（g）；

$w_{\text{水}}$ ——本文件5.4章测得的水分含量。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，计算结果保留到小数点后两位，两次平行测定结果的绝对差值应不大于0.05%。

## 5.6 丙酮不溶物的测定

### 5.6.1 方法提要

适量试样用丙酮充分溶解，过滤将不溶物分离出来干燥、称重。

### 5.6.2 试剂和材料

5.6.2.1 丙酮。

### 5.6.3 仪器和设备

5.6.3.1 烧杯：250 mL。

- 5.6.3.2 玻璃砂芯坩埚漏斗：G4。
- 5.6.3.3 锥形抽滤瓶：500 mL。
- 5.6.3.4 电热恒温干燥箱：温度能控制在 105 °C（精度±1 °C）。
- 5.6.3.5 天平：感量 0.01 g。
- 5.6.3.6 干燥器：内盛适当的干燥剂，如变色硅胶等。

#### 5.6.4 试验步骤

称取试样约10 g（精确至0.01 g）置于干燥的250 mL烧杯中，用150 mL丙酮充分溶解，用干燥至恒重的4号砂芯坩埚抽滤，再用20 mL丙酮洗涤烧杯，抽滤，重复三次。将4号砂芯坩埚置于（105±2）°C烘箱中烘干1 h，置干燥器中冷却至室温，称量。

#### 5.6.5 结果计算

丙酮不溶物的含量 $w_4$ ，以%（质量分数）表示，按式（4）计算：

$$w_4 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中：

- $m$ ——试样质量，单位为克（g）；
- $m_1$ ——过滤前砂芯坩埚的质量，单位为克（g）；
- $m_2$ ——过滤干燥后砂芯坩埚的质量，单位为克（g）。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，计算结果保留到小数点后两位，两次平行测定结果的绝对差值应不大于0.05 %。

### 6 检验规则

#### 6.1 出厂检验

本文件第4章规定的项目均为出厂检验项目，出厂检验每批进行一次。

#### 6.2 组批

在原材料、工艺不变的条件下，每班烘干物料为一批。

#### 6.3 采样

产品采样应按GB/T 6678、GB/T 6679的规定进行。采样总量不少于100 g，样品混匀后分别装入两个洁净、干燥的自封袋中；密封，粘贴标签，注明名称、等级、批号和取样日期，一份由质量检验部门检验，另一份保存备查。

#### 6.4 判定

检验结果的判定采用GB/T 8170规定的修约值比较法进行。检验结果全部符合本文件的技术要求时，则判定该批产品合格。检验结果中，如有一项指标不符合本文件要求时，应重新自两倍量的包装单元中取样进行复验。复验结果即使只有一项指标不符合本文件的要求，则判该批产品为不合格。

### 7 标志、包装、运输与贮存

#### 7.1 标志

产品包装桶外应有牢固的标志<sup>1)</sup>，内容包括：生产厂家名称、厂址、产品名称、批号、净含量、本文件编号等内容，并符合GB/T 191的规定。

每批出厂的产品应附有一定格式的质量证明书，内容包括：生产厂家名称、产品名称、批号、检验日期、产品净含量、产品质量检验结果或检验结论、本文件编号。

1) 工业用芳基吡啶腈的安全信息参见附录B。

## 7.2 包装

产品应采用双层塑料内袋外加塑料编织袋包装，每袋净重25 kg；或在符合安全要求的条件下，根据客户的要求进行包装。

## 7.3 运输

搬运时应轻装轻卸，防止包装容器损坏，并禁止与强氧化剂、强酸、强碱、食用化学品等物品混装。运输过程中应防止阳光直晒、雨淋，不与有害物质混运。

## 7.4 贮存

产品贮存于阴凉、干燥、通风的库房内，不得与有害物质混贮。在符合本文件贮存的条件下，保质期为二年，逾期经过检验符合本文件技术指标要求仍可使用。

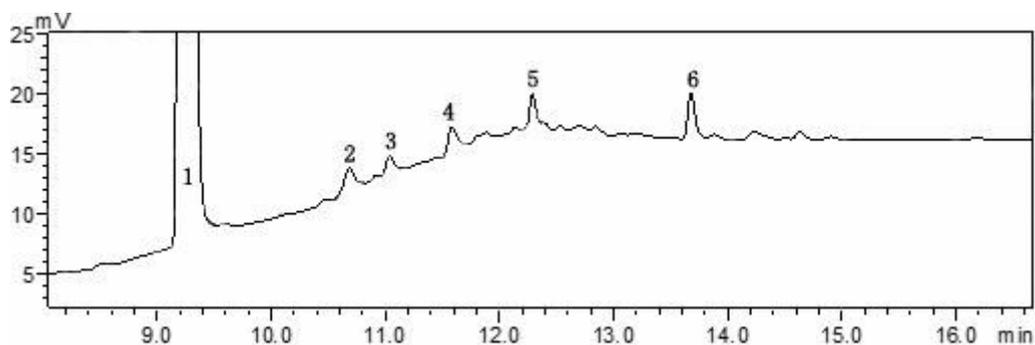
## 附录 A

(资料性)

## 芳基吡唑脒典型液相色谱图及各组分保留时间

## A.1 芳基吡唑脒典型液相色谱图

芳基吡唑脒典型液相色谱图如图A.1所示。



标引序号说明:

- 1——芳基吡唑脒;
- 2——5-氨基-3-氰基-1-[2, 6-二氯-4-(三氟甲基)苯基]-吡唑-4-甲酸乙酯 (RPA);
- 3——未知杂质;
- 4——未知杂质;
- 5——未知杂质;
- 6——溶剂中的杂质峰。

图 A.1 芳基吡唑脒典型液相色谱图

## A.2 各组分保留时间

各组分保留时间见表A.1。

表 A.1 各组分保留时间

序号	组分名称	保留时间/min
1	芳基吡唑脒	9.2
2	5-氨基-3-氰基-1-[2, 6-二氯-4-(三氟甲基)苯基]-吡唑-4-甲酸乙酯 (RPA)	10.6
3	未知杂质	11.0
4	未知杂质	11.6
5	未知杂质	12.2
6	溶剂中的杂质峰	13.6

附录 B  
(资料性)  
安全信息

B.1 工业用芳基吡啶腈是一种低毒的类白色至棕色粉末状固体，其粉尘对眼睛、皮肤、粘膜和呼吸道有刺激作用，皮肤、眼睛、呼吸道接触本品可能造成刺激。在包装、采样、使用时，操作者应遵守一般安全预防措施，佩戴好安全防护用具。

B.2 如皮肤接触，脱去污染的衣着，用肥皂水和清水彻底冲洗皮肤；若有不适，就医治疗；如眼睛接触，立即提起眼睑，用大量流动的清水或生理盐水冲洗至少 15 min，如仍感到不适，就医治疗；如吸入，迅速脱离现场至空气新鲜处，保持呼吸通畅，如仍感到不适，就医治疗。

B.3 若发生燃烧，应采用干粉、泡沫、雾状水、二氧化碳灭火。

B.4 本品对水生物有长期毒性，严格防止进入水体。

---

本标准版权归中国化工学会所有。除了用于国家法律或事先得到

中国化工学会文字上的许可外，不许以任何形式复制该标准。

中国化工学会地址：北京市朝阳区安定路 33 号化信大厦 B 座 7 层

邮政编码：100029 电话：010-64455951 传真：010-64411194

网址：[www.ciesc.cn](http://www.ciesc.cn)