

团 体 标 准

T/CCPIA 231—2023

农药中间体 贲亭酸甲酯

Pesticide intermediate—Methyl 3,3-dimethyl-4-pentenoate

2023-05-16 发布

2023-05-16 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：江苏扬农化工股份有限公司、江苏优嘉植物保护有限公司、南通天泽化工有限公司、大连九信精细化工有限公司。

本文件主要起草人：史卫莲、孙春燕、叶登满、肖爱红、于迟、周喜英、徐平、吴国宽、李君、张春妮。



农药中间体 贲亭酸甲酯

1 范围

本文件规定了贲亭酸甲酯的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输和储存。本文件适用于贲亭酸甲酯产品的质量控制。

注：贲亭酸甲酯的其他名称、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 1600—2021 农药水分测定方法
- GB/T 6680—2003 液体化工产品采样通则
- GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

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

无色透明液体。

4.2 技术指标

贲亭酸甲酯应符合表 1 要求。

表 1 农药中间体 贲亭酸甲酯控制项目指标

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
贲亭酸甲酯质量分数/%	≥99.5	≥99.0	≥98.0
水分/%	≤0.1		

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，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂。

5.2 取样

按 GB/T 6680—2003 的 7.1 规定进行，所取样品总量不得少于 100 mL。

5.3 鉴别试验

5.3.1 红外光谱法

农药中间体贲亭酸甲酯与贲亭酸甲酯标样在 $4\ 000\ \text{cm}^{-1}$ ~ $400\ \text{cm}^{-1}$ 范围的红外吸收光谱图应没有明显区别。贲亭酸甲酯标样红外光谱图见图1。

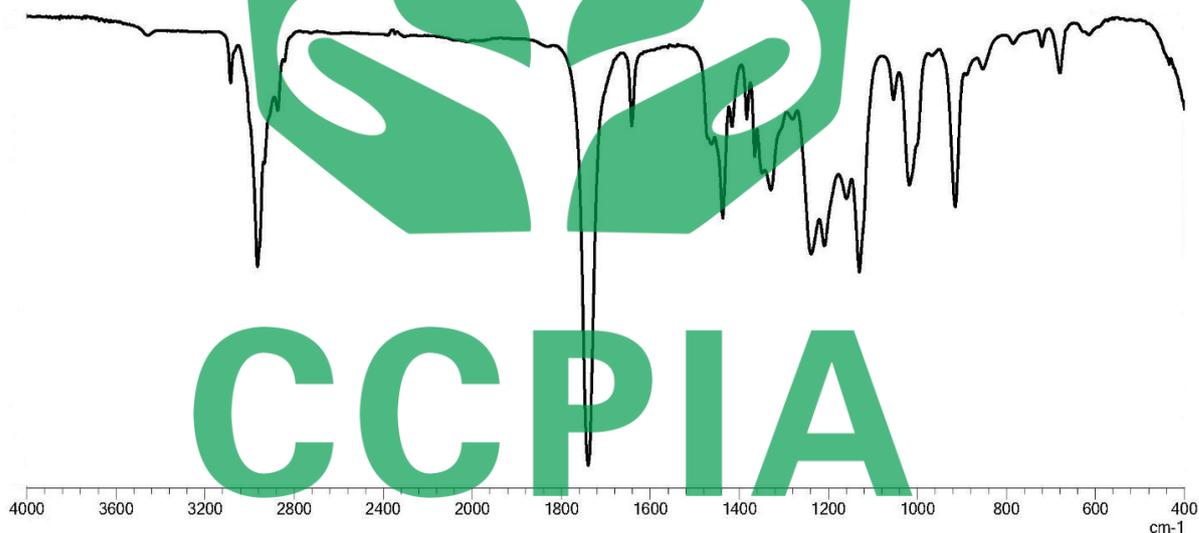


图 1 贲亭酸甲酯标样的红外光谱图

5.3.2 气相色谱法

本鉴别试验可与贲亭酸甲酯质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样中某色谱峰的保留时间与标样中贲亭酸甲酯色谱峰的保留时间，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 贲亭酸甲酯质量分数的测定

5.5.1 方法提要

使用内壁键合 100% 二甲基聚硅氧烷的石英毛细管柱、分流进样装置和氢火焰离子化检测器对试样中的贲亭酸甲酯进行毛细管气相色谱分离，面积归一化法定量。

5.5.2 仪器

5.5.2.1 气相色谱仪：具氢火焰离子化检测器。

5.5.2.2 色谱柱：30 m×0.32 mm 毛细管柱，键合 100% 二甲基聚硅氧烷的石英毛细管柱，膜厚 0.25 μm（或具同等效果的色谱柱）。

5.5.3 气相色谱操作条件

5.5.3.1 柱室温度：初始温度 80 °C 保持 2 min，然后以 20 °C/min 升温到 220 °C 保持 5 min。

5.5.3.2 气化室温度 220 °C、检测器室温度 250 °C。

5.5.3.3 气体流量：载气（N₂）：1.0 mL/min，氢气 30 mL/min，空气 300 mL/min。

5.5.3.4 分流比：30 : 1。

5.5.3.5 进样量：0.2 μL。

5.5.3.6 保留时间（min）：贲亭酸甲酯约 4.4。

5.5.3.7 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。典型的贲亭酸甲酯气相色谱图见图 2。



标引序号说明：

1——贲亭酸甲酯

图 2 贲亭酸甲酯气相色谱图

5.5.4 测定步骤

在上述操作条件下，待仪器基线稳定后，连续注入数针试样溶液，计算各针相对响应值的重复性，待相邻两针的相对响应值变化小于 1.5% 后，按照面积归一法对所得谱图进行积分计算。

5.5.5 计算

试样中赍亭酸甲酯质量分数按式（1）计算：

$$\omega = \frac{A_1}{\sum_{i=1}^n A_i} \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

式中：

A_1 ——赍亭酸甲酯色谱峰面积；

A_i ——所有色谱峰面积之和。

5.5.6 允许差

两次平行测定结果之差，应不大于 0.2%，取其算术平均值作为测定结果。

5.6 水分的测定

按 GB/T 1600—2021 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 章中的所有项目。

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。有下述情况下之一时，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。

出厂检验和型式检验中任一项目不符合第 4 章的技术要求判为该批次产品不合格。

7 标志、标签、包装、运输、储存

7.1 标志、标签、包装

农药中间体赍亭酸甲酯质检单上应标注有产品名称、批号、净含量、生产厂家名称、生产日期等内容，或按照客户需求增加标识。包装标志应符合 GB/T 191 规定。也可根据用户要求或订货协议采用其他形式的包装，但需符合规定。

7.2 运输

农药中间体赍亭酸甲酯采用专用槽罐车运输。

7.3 储存

贲亭酸甲酯应储存在干燥、通风、阴凉、避免烈日暴晒并隔绝热源和火种的地方。



附 录 A

(资料性)

贲亭酸甲酯其他名称、结构式和基本物化参数

贲亭酸甲酯的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——英文名称：Methyl 3,3-dimethyl-4-pentenoate;

——CAS登录号：63721-05-1;

——化学名称：3,3-二甲基-4-戊烯酸甲基酯;

——通用名称：贲亭酸甲酯;

——结构式：

——分子式： $C_8H_{14}O_2$;

——相对分子质量：142.2;

——沸点：59 °C/33 mmHg;

——溶解性：溶于乙醇、乙酸乙酯、乙醚等有机溶剂，不溶于水。



中华人民共和国
团体标准
农药中间体 贲亭酸甲酯
T/CCPIA 231—2023

*

中国农药工业协会
(北京市朝阳区农展南里12号通广大厦7层)
(邮政编码: 100125 网址: www.ccpia.org.cn)

*

2023年5月第1版 2023年5月北京第1次印刷

如有印装差错 由本发行单位调换
联系电话: (010) 84885183