

团 体 标 准

T/CCPIA XXX—2026

环己螨酯含量测定分析方法

Analysis method for determination of 2-(4-(tert-butyl)phenoxy)cyclohexyl(2-fluoroethyl)sulfite content

(征求意见稿)

2026 – XX – XX 发布

2026 – 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这些专利的责任。

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。

本文件主要起草人：XXX。

环己酯含量测定分析方法

1 范围

本文件描述了农业投入品中环己酯的定性及含量测定的分析方法。
本文件适用于如阿维菌素微乳剂等农药制剂中环己酯含量的测定。
注：环己酯的其他名称、结构式和基本物化参数参见附录A。
如应用该方法测定其他农药制剂（助剂/肥料）产品中的环己酯含量，应按4.3.5.3进行方法特异性确认。

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。
NY/T 2887—2016 农药产品质量分析方法确认指南

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 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。

4.1 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。

4.2 鉴别试验

4.2.1 液相色谱法

本鉴别试验可与环己酯质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液中某色谱峰的保留时间与标样溶液中环己酯色谱峰的保留时间，其相对差应在1.5%以内。

4.2.2 液质联用法

4.2.2.1 仪器

- 4.2.2.1.1 液相色谱-质谱联用仪。
- 4.2.2.1.2 色谱柱：100 mm×3.0 mm（内径）不锈钢柱，内装C₁₈、3 μm填充物（或具有同等效果的色谱柱）。

4.2.2.2 液相色谱操作条件

- 4.2.2.2.1 流动相梯度条件见表1。

表1 流动相梯度洗脱条件

| 流动相：时间/ min | 0.1%甲酸水溶液 | 0.1%甲酸乙腈溶液 |
|-------------|-----------|------------|
| 0 | 70 | 30 |
| 2 | 70 | 30 |

| | | |
|------|----|----|
| 12 | 10 | 90 |
| 15 | 10 | 90 |
| 15.1 | 70 | 30 |
| 18 | 70 | 30 |

4.2.2.3 质谱条件

- 4.2.2.1.1 离子源：ESI源。
- 4.2.2.1.2 扫描极性：正离子。
- 4.2.2.1.3 扫描模式：EMS。
- 4.2.2.1.4 扫描范围：70-1600 Da。
- 4.2.2.1.5 气帘气：40 Psi。
- 4.2.2.1.6 碰撞气：高纯氮
- 4.2.2.1.7 喷雾电压：5500 V。
- 4.2.2.1.8 温度：450 ℃。
- 4.2.2.1.9 Gas 1/ Gas 2：50Psi/50 Psi
- 4.2.2.1.10 去簇电压：80V。
- 4.2.2.1.11 环己螨酯的M+H+峰为359.5，保留时间约为17.7min。
- 4.2.2.1.12 以上液质联用条件中的参数系典型操作参数。在实际应用中可根据不同仪器特点，对给定的其他操作参数作适当调整，以期获得最佳效果。
- 4.2.2.1.13 在相同的色谱操作条件下，试样与环己螨酯标样的保留时间和主要峰的质荷比应没有明显区别，试样无其他杂质干扰。环己螨酯标样的液质色谱图见图1。

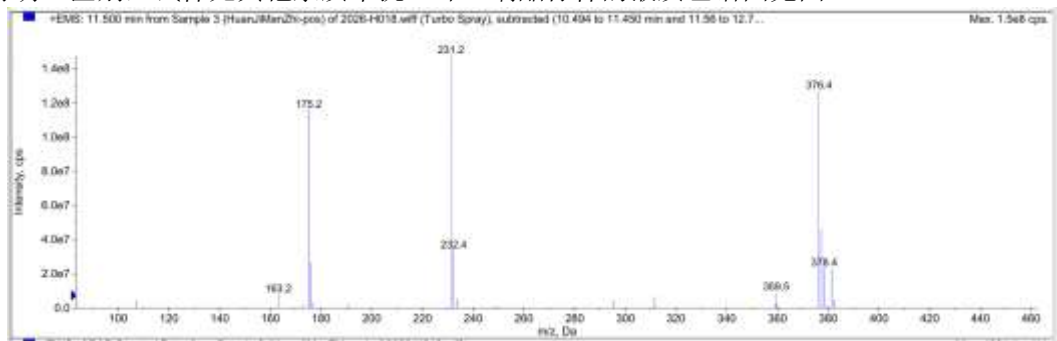


图1 环己螨酯标样的液质色谱图

4.3 环己螨酯质量分数的测定

4.3.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+乙腈+磷酸水溶液为流动相，使用以C₁₈为填料的不锈钢柱和可变波长紫外检测器，在波长275 nm下对试样中的环己螨酯进行高效液相色谱分离，外标法定量。

4.3.2 试剂和溶液

- 4.3.2.1 甲醇：色谱级。
- 4.3.2.2 乙腈：色谱纯。
- 4.3.2.3 磷酸。
- 4.3.2.4 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。
- 4.3.2.5 磷酸溶液：ψ（磷酸：水）=0.5：1000。
- 4.3.2.6 环己螨酯标样：已知质量分数且不低于 96.0%。

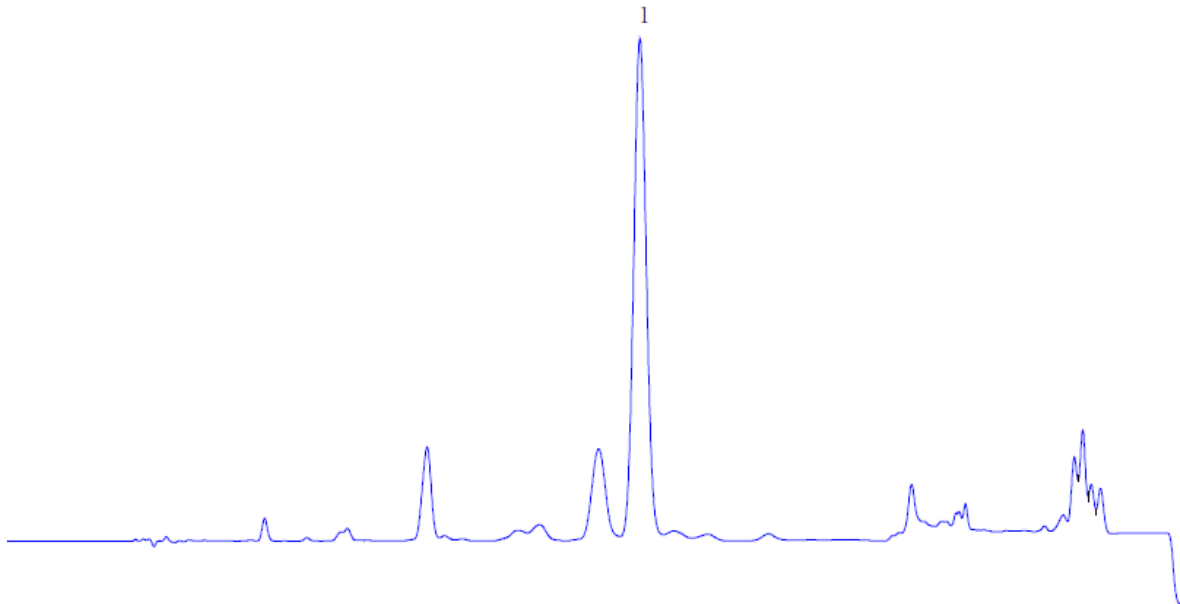
4.3.3 仪器

- 4.3.3.1 高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。
- 4.3.3.2 色谱柱：250mm×4.6mm (i.d.) 不锈钢柱，内装 C18、5μm 填充物（或具同等效果的色谱柱）。
- 4.3.3.3 过滤器：滤膜孔径为 0.45 μm。
- 4.3.3.4 超声波清洗器。
- 4.3.4 高效液相色谱操作条件
- 4.3.4.1 流动相梯度洗脱条件见表 2。

表2 流动相梯度洗脱条件

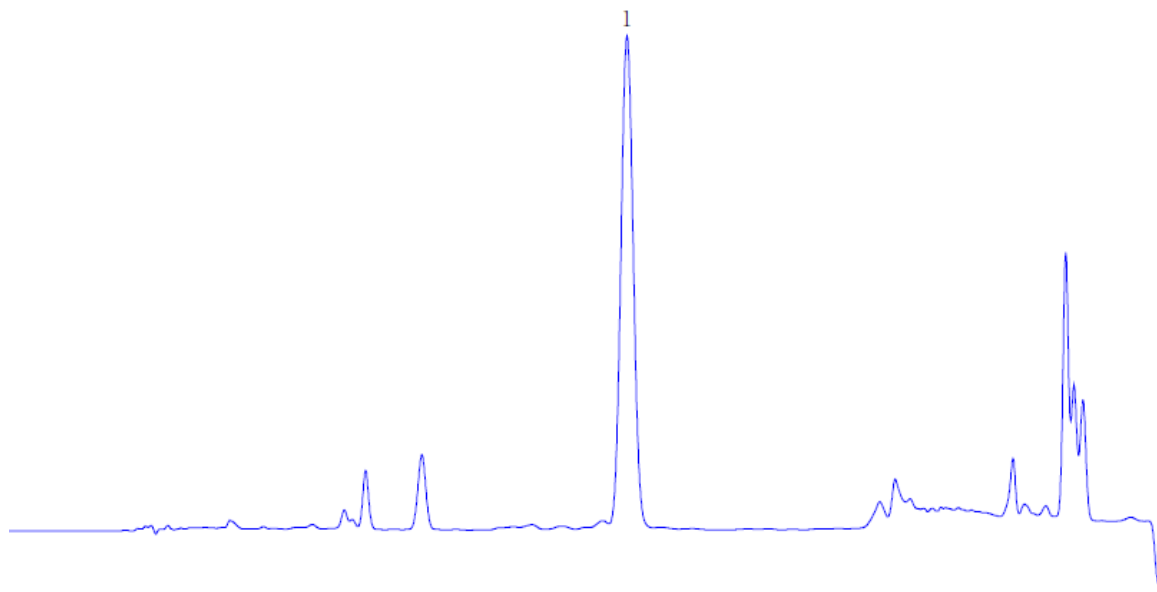
| 时间 min | 0.05%磷酸水 (V/V) % | 甲醇溶液 (V/V) % | 乙腈溶液 (V/V) % |
|-----------|---------------------|-----------------|-----------------|
| 0.0 | 20 | 40 | 40 |
| 12.9 | 20 | 40 | 40 |
| 13.0 | 0 | 100 | 0 |
| 17.9 | 0 | 100 | 0 |
| 18.0 | 20 | 40 | 40 |
| 22.0 | 20 | 40 | 40 |

- 4.3.4.2 流速：1.0 mL/min。
- 4.3.4.3 柱温：30 °C(温度变化应不大于 2°C)。
- 4.3.4.4 检测波长：275 nm。
- 4.3.4.5 进样体积：20 μL。
- 4.3.4.6 有效成分推荐浓度：1000 mg/L，线性范围为 191.763 mg/L~ 1743.3 mg/L。
- 4.3.4.7 保留时间：环己螨酯约 11.8min。
- 4.3.4.8 4.3.4.1~4.3.4.7 液相色谱操作条件，系典型操作参数。在实际应用中除流动相组分、检测器类型和检测波长不得改变外，可根据不同仪器特点，对给定的其他操作参数作适当调整，以期获得最佳效果。典型的 1.8%阿维菌素微乳剂中环己螨酯高效液相色谱图见图 2，典型的 20%脂肪醇聚氧乙烯醚中环己螨酯高效液相色谱图见图 3。



标引序号说明：
1——环己螨酯。

图2 1.8%阿维菌素微乳剂中环己螨酯高效液相色谱图



标引序号说明：
1——环己酯。

图3 20%脂肪醇聚氧乙烯醚中环己酯高效液相色谱图

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液的制备

称取环己酯标样0.05g（精确至0.0001 g）于50mL容量瓶中，用甲醇超声溶解，冷却至室温，定容至刻度，摇匀，备用。

4.3.5.2 试样溶液的制备

称取含环己酯0.05g的试样（精确至0.0001 g）于50ml容量瓶中，用甲醇超声溶解，冷却至室温，定容至刻度，摇匀，备用。

注1：对于低含量固体样品，称样量对定容体积有影响的，应采用添加定量溶剂法。
注2：部分剂型需采用特殊的前处理方法，如水分散粒剂、悬浮剂，通常需要先添加少量水使试样分散后再溶解定容，颗粒剂、片状制剂等不均匀固体制剂通常需要研磨后再取样。

4.3.5.3 方法特异性确认

在测定前，按NY/T 2887—2016中3.3.1 a) 进行特异性确认，确认方法特异性适用。如不能达到要求，可根据不同仪器特点，对给定的操作参数作适当调整，直至方法特异性确认通过。

4.3.5.4 测定

在4.3.4操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针环己酯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。

4.3.6 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环己酯的峰面积分别进行平均。试样中环己酯质量分数按式（1）计算：

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

式中：
w₁——试样中环己酯的质量分数，%；
A₂——试样溶液中环己酯峰面积的平均值；
m₁——标样的质量的数值，单位为克（g）；

w——标样溶液中环己酯的质量分数，%；
A₁——标样溶液中环己酯峰面积的平均值；
m₂——试样的质量的数值，单位为克（g）

附 录 A

(资料性)

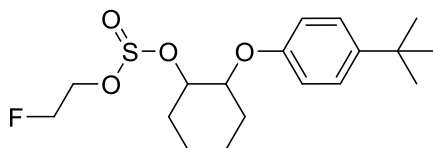
环己螨酯的其他名称、结构式和基本物化参数

环己螨酯的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——CAS登录号：2767234-31-9；

——化学名称：2-[4-(1,1-二甲基乙基)苯氧基]环己基2-氟乙基亚硫酸酯；

——结构式：



——分子式：C₁₈H₂₇FO₄S；

——相对分子质量：358.47；

——生物活性：杀螨。
