



中华人民共和国国家标准

GB 24751—2009

异噁草松原药

Clomazone technical

2009-11-30 发布

2010-07-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本标准的第3章、第5章是强制性的,其余是推荐性的。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会(SAC/TC 133)归口。

本标准负责起草单位:沈阳化工研究院。

本标准参加起草单位:江苏长青农化股份有限公司、江苏龙灯化学有限公司、大连松辽化工有限公司。

本标准主要起草人:侯春青、管艳坤、吉瑞香、冯秀珍、苗革新。

异噁草松原药

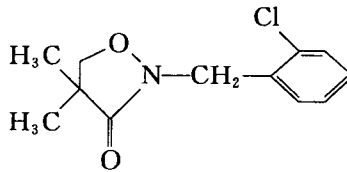
该产品有效成分异噁草松的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO 通用名称：Clomazone

CIPAC 数字代码：509

化学名称：2-(2-氯苄基)-4,4-二甲基异噁唑-3-酮

结构式：



实验式： $C_{12}H_{14}ClNO_2$

相对分子质量：239.7(按 2005 年国际相对原子质量计)

生物活性：除草

蒸汽压：19.2 mPa(25 °C)

沸点：275.4 °C

熔点：25 °C

溶解性(20 °C)：水 1.1 g/L，易溶于丙酮、乙腈、三氯甲烷、环己酮、二氯甲烷、甲醇、甲苯、正己烷、二甲基甲酰胺

稳定性：在室温下至少 2 年稳定，50 °C 下至少 3 个月稳定，日光下，水溶液中 DT_{50} 大于 30 d

1 范围

本标准规定了异噁草松原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。
本标准适用于由异噁草松及其生产中产生的杂质组成的异噁草松原药。

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 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- 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 外观

无色至淡黄色黏稠液体或白色至淡黄色固体、半固状物。

3.2 技术指标

异噁草松原药还应符合表 1 要求。

表 1 异噁草松原药控制项目指标

项 目	指 标
异噁草松质量分数/%	\geq 93.0
酸度(以 H_2SO_4 计)/%	\leq 0.3
水分/%	\leq 0.5
丙酮不溶物 ^a /%	\leq 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

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

液相色谱法——本鉴别试验可与异噁草松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异噁草松的色谱峰的保留时间，其相对差值应在 1.5% 以内。

红外光谱法——试样与异噁草松标样在 $4000\text{ cm}^{-1} \sim 400\text{ cm}^{-1}$ 范围的红外吸收光谱图应没有明显区别。异噁草松标样红外光谱图见图 1。

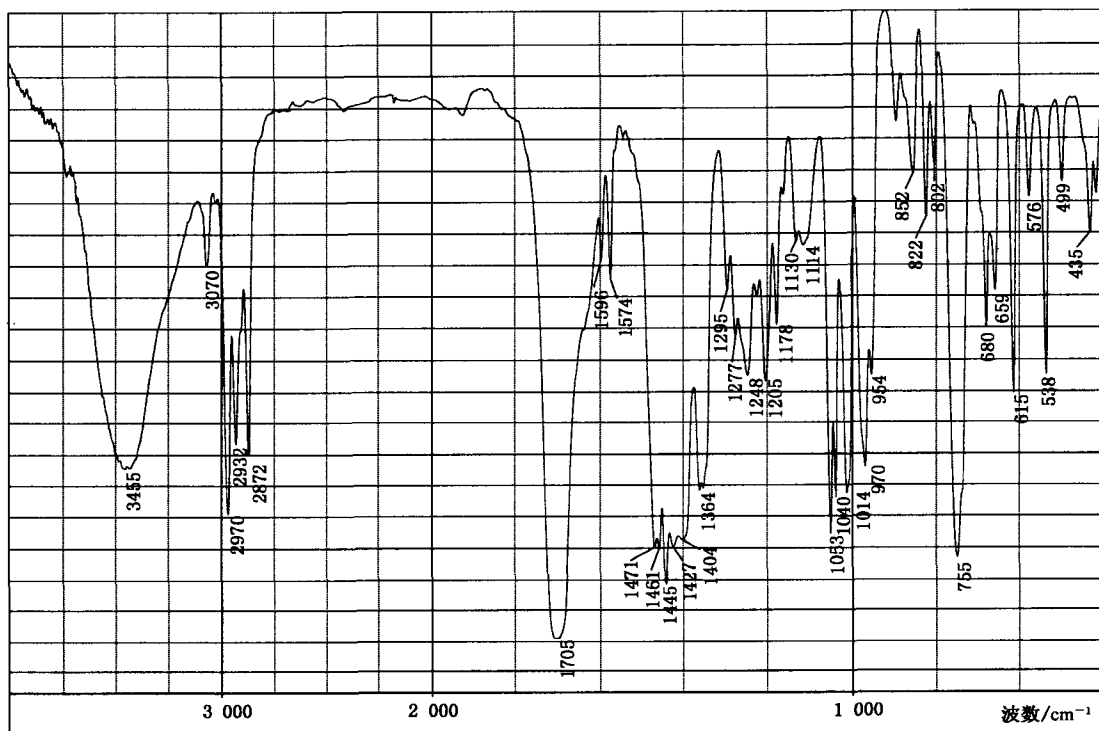


图 1 异噁草松标样的红外光谱图

4.3 异噁草松质量分数的测定

4.3.1 方法提要

试样用甲醇溶解,以乙腈+水为流动相,使用以 Agilent TC-C₁₈为填料的不锈钢柱和紫外检测器在波长 236 nm 下,对试样中的异噁草松进行反相高效液相色谱分离和测定,外标法定量。

4.3.2 试剂和溶液

甲醇:色谱级;

乙腈:色谱级;

水:新蒸二次蒸馏水;

异噁草松标样:已知质量分数, $w \geq 98.0\%$ 。

4.3.3 仪器

高效液相色谱仪:具有可变波长紫外检测器;

色谱数据处理机或色谱工作站;

色谱柱:250 mm × 4.6 mm (i. d.) 不锈钢柱,内装 Agilent TC-C₁₈、5 μm 填充物(或具同等效果的色谱柱);

过滤器:滤膜孔径约 0.45 μm;

微量进样器:50 μL;

定量进样管:5 μL;

超声波清洗器。

4.3.4 高效液相色谱操作条件

流动相: ϕ (乙腈:水)=50:50,经滤膜过滤,并进行脱气;

流速:1.0 mL/min;

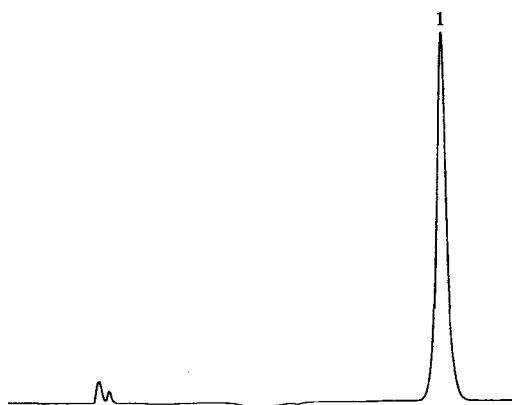
柱温:室温(温差变化应不大于 2 °C);

检测波长:236 nm;

进样体积:5 μL;

保留时间:异噁草松约 11.0 min。

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。典型的异噁草松原药高效液相色谱图见图 2。



1——异噁草松。

图 2 异噁草松原药的高效液相色谱图

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液的制备

称取 0.2 g(精确至 0.000 2 g)异噁草松标样于 50 mL 容量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀。用移液管移取上述溶液 10 mL 于 50 mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

4.3.5.2 试样溶液的制备

称取含异噁草松 0.2 g(精确至 0.000 2 g)的试样于 50 mL 容量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀。用移液管移取上述溶液 10 mL 于 50 mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

4.3.5.3 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,直至相邻两针异噁草松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异噁草松峰面积分别进行平均。试样中异噁草松的质量分数 w_1 (%),按式(1)计算:

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

式中:

w ——异噁草松标样的质量分数,以%表示;

A_1 ——标样溶液中,异噁草松峰面积的平均值;

A_2 ——试样溶液中,异噁草松峰面积的平均值;

m_1 ——异噁草松标样的质量,单位为克(g);

m_2 ——试样的质量,单位为克(g)。

4.3.7 允许差

异噁草松质量分数两次平行测定结果之差应不大于 1.5%,取其算术平均值作为测定结果。

4.4 丙酮不溶物的测定

按 GB/T 19138 进行。

4.5 水分的测定

按 GB/T 1600 中的“卡尔·费休法”进行。

4.6 酸度的测定

4.6.1 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 配制;

混合指示液:溴甲酚绿乙醇溶液(1 g/L)+甲基红乙醇溶液(2 g/L)=3+1,按 GB/T 603 配制。

4.6.2 测定步骤

称取异噁草松试样 2 g(精确至 0.002 g),置于 250 mL 三角瓶中,加入 100 mL 95%乙醇,3 滴指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至绿色,30 s 内不褪色为终点。同时作空白试验。

4.6.3 计算

试样中酸度 w_2 (%),按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{c(V_1 - V_0) \cdot M}{m \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

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 ——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_0 ——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) $\left[M\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right) = 49 \right]$ 。

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 异噁草松原药的标志、标签和包装应符合 GB 3796 的规定。

5.2 异噁草松原药用衬塑铁桶装,每桶净含量一般为 50 kg、100 kg 或 200 kg。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 GB 3796 的规定。

5.3 异噁草松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:本品属低毒农药。吞噬和吸入均有毒,可经皮肤渗入。使用本品时要戴防护镜和胶皮手套穿必要的防护衣物。施药后应用肥皂和清水冲洗。误服者应立即送医院对症治疗。

5.6 验收期:异噁草松原药的验收期为 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本标准要求。
