

ICS 65. 100. 10  
G 25  
备案号: 13182—2004

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG 3717—2003

---

### 氯嘧磺隆原药

Chlorimuron-ethyl technical

2004-01-09 发布

2004-05-01 实施

---

中华人民共和国国家发展和改革委员会 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(CSBTS/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:大连瑞泽农药股份有限公司。

本标准主要起草人:王玉范、邢红、王天斌、史洪刚、王大春。

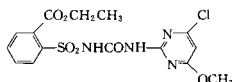
## 氯嘧磺隆原药

该产品有效成分氯嘧磺隆的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO 通用名称：Chlorimuron-ethyl

化学名称：3-(4-氯-6-甲氧基嘧啶-2-基)-1-(2-乙氧基甲酰基苯基)磺酰胺

结构式：



实验式： $C_{15}H_{15}N_4O_6ClS$

相对分子质量：414.8(按 1997 国际相对原子质量计)

生物活性：除草

熔点： $185^{\circ}C \sim 187^{\circ}C$

蒸气压：0.49 Pa

溶解度( $25^{\circ}C$ , g/L)：水 0.011~0.012(pH=5~7)，二氯甲烷 >200，己烷 <0.1，异丙醇、甲苯 50~100

稳定性( $25^{\circ}C$ )：水中，pH=5 时，DT 为 17 d~25 d

### 1 范围

本标准规定了氯嘧磺隆原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮存。

本标准适用于由氯嘧磺隆及其生产中产生的杂质组成的氯嘧磺隆原药。

### 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。凡是注明日期的引用文件，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。凡是不注明日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 1601 农药 pH 值测定方法

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

### 3 要求

#### 3.1 外观

白色至浅黄色均匀粉末。

#### 3.2 技术指标

氯嘧磺隆原药应符合表 1 要求。

表 1 氯嘧磺隆原药控制项目指标

项 目	指 标
氯嘧磺隆质量分数, %	≥ 95.0
干燥减量, %	≤ 0.5
pH 值范围	2.0~6.0
二甲基酰胺不溶物, %	≤ 0.5

<sup>a</sup> 正常生产时, 二甲基酰胺不溶物每三个月至少检验一次。

#### 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

高效液相色谱法——本鉴别试验可与氯嘧磺隆含量的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下, 试样溶液某一色谱峰的保留时间与标样溶液中氯嘧磺隆色谱峰的保留时间, 其相对差值分别应在 1.5% 以内。

红外光谱法——试样与标样在  $4\ 000\ \text{cm}^{-1}$ ~ $400\ \text{cm}^{-1}$  范围内的红外吸收光谱图应无明显差异, 见图 1。

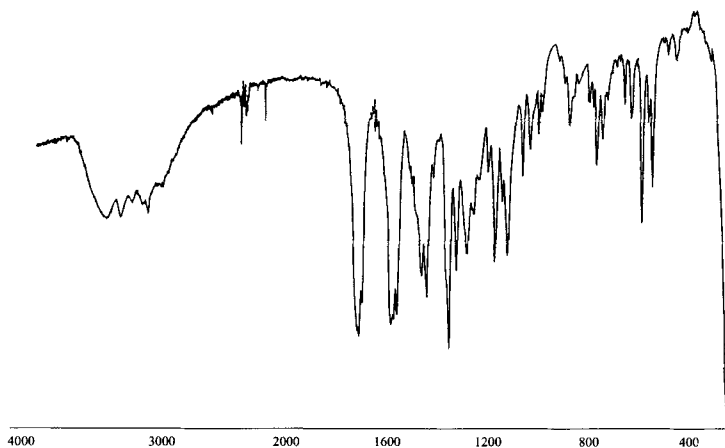


图 1 氯嘧磺隆标样的红外光谱图

##### 4.3 氯嘧磺隆数质量分数的测定

###### 4.3.1 方法提要

试样用甲醇溶解, 以乙腈+甲醇+水+冰乙酸为流动相, 使用以 ODS Hypersil 为填料的不锈钢柱

和紫外检测器(236 nm),对试样中的氯嘧磺隆进行反相高效液相色谱分离,外标法定量。

#### 4.3.2 试剂和溶液

乙腈:色谱级;

甲醇:色谱级;

冰乙酸:分析级;

水:新蒸二次蒸馏水;

氯嘧磺隆标样:已知氯嘧磺隆质量分数 $\geq 99.0\%$ 。

#### 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;

色谱柱:200 mm $\times$ 4.6 mm(id)不锈钢柱,内装 ODS Hypersil、5  $\mu$ m 的填充物(或具等同效果的色谱柱);

过滤器:滤膜孔径约 0.45  $\mu$ m;

微量进样器:50  $\mu$ L;

定量进样管:10  $\mu$ L;

超声波清洗器。

#### 4.3.4 高效液相色谱操作条件

流动相: $\Psi$ (乙腈:甲醇:水:冰乙酸)=45:15:40:0.1,经滤膜过滤,并进行脱气;

流量:1.0 mL/min;

柱温:室温(温差变化应不大于 2 $^{\circ}$ C);

检测波长:236 nm;

进样体积:10  $\mu$ L;

保留时间:氯嘧磺隆约 7.5 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。

典型的氯嘧磺隆原药高效液相色谱图见图 2。

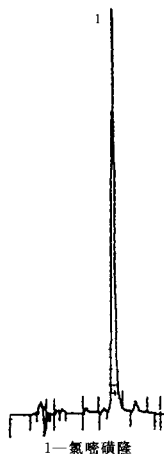


图 2 氯嘧磺隆原药的高效液相色谱图

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液的制备

称取氯嘧磺隆标样 0.1 g(精确至 0.000 2 g),置于 100mL 容量瓶中,用适量甲醇溶解,在超声波浴槽中振荡 10 min,恢复至室温后,用甲醇溶液稀释至刻度,摇匀;用移液管移取 10 mL 上述溶液于另一 100 mL 容量瓶中,用甲醇溶液稀释至刻度,摇匀。

4.3.5.2 试样溶液的制备

称取含氯嘧磺隆 0.1 g 的试样(精确至 0.000 2 g),置于 100 mL 容量瓶中,用适量甲醇溶解,在超声波浴槽中振荡 10 min,恢复至室温后,用甲醇溶液稀释至刻度,摇匀;用移液管移取 10 mL 上述溶液于另一 100 mL 容量瓶中,用甲醇溶液稀释至刻度,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,直至相邻两针氯嘧磺隆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

试样中氯嘧磺隆的质量分数  $w_1$  (%)按式(1)计算:

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

式中:

$A_1$ ——标样溶液中,氯嘧磺隆峰面积的平均值;

$A_2$ ——试样溶液中,氯嘧磺隆峰面积的平均值;

$m_1$ ——标样的质量的数值,单位为克(g);

$m_2$ ——试样的质量的数值,单位为克(g);

$p$ ——标样中氯嘧磺隆的质量分数,数值以%表示。

4.3.7 允许差

氯嘧磺隆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 干燥减量的测定

4.4.1 仪器

烘箱:105℃±2℃;

称量瓶:内径 50 mm,高 20 mm;

干燥器。

4.4.2 测定步骤

将称量瓶放入烘箱中烘 1 h,取出置于干燥器内冷却至室温,称量(精确至 0.000 2 g),重复上述步骤,直至称量瓶恒重为止。称取 5.0 g(精确至 0.01 g)试样置于称量瓶内,铺平,将称量瓶放入烘箱中,不加盖,烘 2 h,取出放入干燥器中冷却至室温,称量(精确至 0.000 2 g)。

4.4.3 计算

试样中干燥减量的质量分数  $w_2$  (%)按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$m_1$ ——试样和称量瓶烘干前的质量的数值,单位为克(g);

$m_2$ ——试样和称量瓶烘干后的质量的数值,单位为克(g);

$m$ ——试样的质量的数值,单位为克(g)。

4.5 pH 值的测定

按 GB/T 1601 测定。

#### 4.6 二甲基甲酰胺不溶物的测定

##### 4.6.1 试剂和仪器

二甲基甲酰胺；  
锥形烧瓶：250 mL；  
玻璃砂芯坩埚：G3；  
烘箱：110℃±2℃；  
吸滤瓶：500 mL。

##### 4.6.2 测定步骤

称取试样 10 g(精确至 0.01 g)，放入 250 mL 锥形烧瓶中，加入 80 mL 二甲基甲酰胺，振荡至所有的可溶物溶解，通过已恒重(精确至 0.000 2 g)的坩埚过滤，再用 60 mL 二甲基甲酰胺，分三次洗涤锥形瓶，并抽滤。将坩埚置于 110℃ 烘箱中干燥 40 min，取出放于干燥器中冷却至室温，称量(精确至 0.000 2 g)。

##### 4.6.3 计算

试样中二甲基甲酰胺不溶物质量分数  $w_3$ (%)按式(3)计算：

$$w_3 = \frac{m_1 - m_0}{m} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

$m_1$ ——干燥后坩埚与二甲基甲酰胺不溶物的总质量的数值，单位为克(g)；  
 $m_0$ ——恒重后坩埚的质量的数值，单位为克(g)；  
 $m$ ——试样的质量的数值，单位为克(g)。

#### 4.7 产品的检验与验收

应符合 GB/T 1604 的规定。极限数值处理，采用修约值比较法。

### 5 标志、标签、包装、贮运

5.1 氯嘧磺隆原药的标志、标签和包装，应符合 GB 3796 的规定。

5.2 氯嘧磺隆原药应用清洁、干燥、内衬塑料袋的编织袋或纸板圆桶包装，每袋(桶)净含量一般不大于 50 kg。也可以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 氯嘧磺隆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：氯嘧磺隆为低毒除草剂，可通过皮肤渗入。使用本品应戴好防护手套、口罩，穿干净防护服。使用后应立即用肥皂和水洗净。如发生中毒现象，应及时去医院治疗。

5.6 验收期：氯嘧磺隆原药的验收期为一个月。从交货之日起，在一个月內完成产品的质量验收，其各项指标均应符合标准要求。