

ICS 65.100

G 25

备案号:15016—2005

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG 3761—2004

精喹禾灵原药

Quizalofop-P-ethyl technical

2004-12-14 发布

2005-06-01 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章为强制性的,其余为推荐性的。

本标准是按照 GB/T 1.1—2000《标准化工作导则 第1部分:标准的结构和编写规则》的要求,并根据国产精喹禾灵原药质量水平,参考了联合国粮农组织农药规格手册和《农药原药产品标准编写规范》制定的。

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(CSBTC/TC 133)归口。

本标准负责起草单位:农业部农药检定所。

本标准参加起草单位:安徽丰乐农化有限责任公司、江苏省南通江山农药化工股份有限公司。

本标准主要起草人:李国平、单炜力、吕胜哉、赵邦斌、王传品。

本标准由全国农药标准化技术委员会秘书处负责解释。

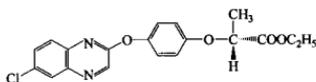
精喹禾灵原药

该产品中有效成分精喹禾灵的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

ISO 通用名称: quizalofop-P-ethyl

化学名称: (R)-2-[4-(6-氯喹啉啉-2-氧基)苯氧基]丙酸乙酯

结构式:



实验式: $C_{19}H_{17}ClN_2O_4$

相对分子质量: 372.8

生物活性: 除草

熔点: $76.1^{\circ}\text{C} \sim 77.1^{\circ}\text{C}$

蒸气压(20°C): 1.1×10^{-4} mPa

溶解度(20°C): 水中 0.61 mg/L, 丙酮、乙酸乙酯、二甲苯中 >250 g/L, 甲醇中 34.9 g/L。

比旋光度(20°C): $[\alpha]_D^{20} +35.9^{\circ}$

稳定性: 在中性和酸性介质中稳定, 对热、光稳定, 有机溶剂中稳定。

1 范围

本标准规定了精喹禾灵原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装和贮运。

本标准适用于由精喹禾灵及其生产中产生的杂质组成的精喹禾灵原药。

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(不包括勘误表的内容)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面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 1600 农药水分测定方法

GB/T 1601 农药 pH 值的测定方法

GB/T 1604 商品农药验收规则

GB/T 1605 商品农药采样方法

GB 3796 农药包装通则

GB/T 19138 农药丙酮不溶物的测定方法

NY608 农药产品标签通则

3 要求

3.1 外观: 白色至黄色细粉, 无外来杂质、无团块。

3.2 精喹禾灵原药控制项目指标应符合表 1 要求。

表 1 精喹禾灵原药控制项目指标

项 目	指 标
精喹禾灵质量分数, %	≥ 92.0
水分, %	≤ 0.5
pH 值范围	5.0~7.0
丙酮不溶物质量分数 ^a , %	≤ 0.5

^a 丙酮不溶物质量分数为抽检项目,在正常生产情况下,至少每三个月检验一次。

4 试验方法

4.1 抽样

按照 GB/T 1605 中“商品农药采样方法”进行。用随机数表法确定抽样的包装件,最终抽样量一般不少于 100 g。

4.2 鉴别试验

高效液相色谱法——本鉴别试验可与有效成分含量测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中某二色谱主峰的保留时间与喹禾灵标样溶液中两个对映体的色谱峰的保留时间的相对差值应分别在 1.5% 以内,并且 R-对映体与 S-对映体峰面积的比值约 9:1。

当用规定的试验方法对有效成分鉴别有疑问时,至少要用另外一种方法进行鉴别。

4.3 精喹禾灵质量分数的测定

4.3.1 喹禾灵质量分数的测定

4.3.1.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以邻苯二甲酸二辛酯为内标,使用 DB-5 30 m×0.32 mm 0.25 μm 膜厚毛细管柱和 FID 检测器,对试样中的喹禾灵进行气相色谱分离和测定。

4.3.1.2 试剂和溶液

丙酮。

喹禾灵标样:已知含量≥98%。

内标物:邻苯二甲酸二辛酯,应不含有干扰色谱分析的杂质。

内标溶液:称取邻苯二甲酸二辛酯 5 g,(精确至 0.01 g)于 500 mL 棕色容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀备用。

4.3.1.3 仪器

气相色谱仪,具 FID 检测器。

色谱数据处理机。

色谱柱:DB-5 30 m×0.32 mm 0.25 μm 膜厚。

4.3.1.4 色相色谱操作条件

柱温:270℃。

检测器温度:300℃。

气化室温度:270℃。

载气(高纯氮气或高纯氦气)流量:1.5 mL/min。

氢气流量:30 mL/min。

空气流量:300 mL/min。

进样量:1.0 μL。

保留时间:邻苯二甲酸二辛酯约 4.0 min,喹禾灵约 6.7 min(见图 1)。

上述操作条件是典型的,可根据不同仪器特点,对所给定操作参数作适当调整,以期获得最佳

效果。

4.3.1.5 测定步骤

a) 标样溶液的配制

称取啶禾灵标样 0.06 g(精确至 0.0002 g)于 10 mL 容量瓶中,准确移入 5 mL 内标溶液,用丙酮溶解并定容,摇匀。

b) 试样溶液的配制

称取含啶禾灵约 0.06 g(精确至 0.0002 g)的试样于 10 mL 容量瓶中,准确移入 5 mL 内标溶液,用丙酮溶解并定容,摇匀。

c) 测定

在上述操作条件下,待仪器基线稳定后,连续注入数针标样溶液,直至相邻两针啶禾灵与内标物峰面积比的变化小于 1.0%时,按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序测定。

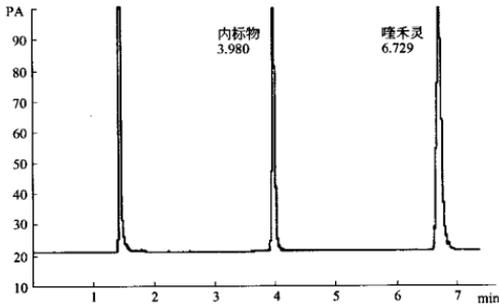


图 1 精啶禾灵原药与内标物气相色谱图

4.3.1.6 计算

将测得的两针试样溶液及试样前后两针试样溶液中啶禾灵与内标物的峰面积比分别进行平均。试样中啶禾灵以质量分数表示的含量 X_1 (%),按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{r_2 m_1 P}{r_1 m_2} \dots \dots \dots (1)$$

式中:

r_1 ——相邻两针试样溶液中啶禾灵与内标物峰面积比的平均值;

r_2 ——相邻两针试样溶液中啶禾灵与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——标样的质量,单位为克(g);

m_2 ——试样的质量,单位为克(g);

P ——标样中啶禾灵的质量分数,单位为百分数(%).

4.3.1.7 允许差

本方法两次平行测定结果相差不应大于 1.0%,取算术平均值作为测定结果。

4.3.2 R-对映体比例的测定

4.3.2.1 方法提要

试样用流动相溶解,以正己烷+二氯甲烷+甲醇为流动相,使用 Chiralcel OJ 手性柱对 R、S 对映体进行分离,用紫外检测器测定对映体的比例,也可使用分离效果相当的其他手性柱或流动相。

4.3.2.2 试剂

正己烷。

二氯甲烷。

甲醇。

喹禾灵标准品:已知含量 $\geq 98\%$ 。

4.3.2.3 仪器

高效液相色谱仪:具可变波长紫外检测器。

色谱柱:250 mm \times 4.6 mm(id)不锈钢柱,填充 Chiralcel OJ,5 μ m, Daicel chemical industries Ltd.

色谱数据处理机。

微量进样器:50 μ L。

超声波清洗器。

4.3.2.4 高效液相色谱操作条件

流动相:正己烷+二氯甲烷+甲醇=550+30+10。

流量:1.8 mL/min。

检测波长:237 nm。

进样量:20 μ L。

柱温:室温。

保留时间:喹禾灵 S-对映体 7.06 min, R-对映体 9.66 min(见图 2)。

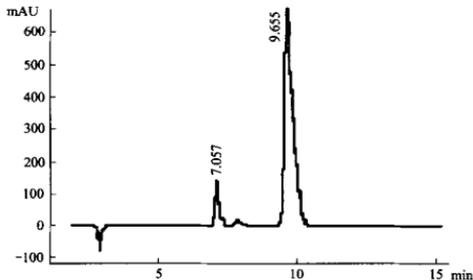


图 2 试样中喹禾灵 R、S 对映体拆分色谱图

上述操作参数是典型的,可根据不同仪器的特点,对给定操作参数作适当调整,以期获得最佳效果。

4.3.2.5 测定步骤

a) 对照溶液的配制

称取约 10 mg 喹禾灵标样于 100 mL 容量瓶中,用流动相溶解并定容,摇匀。

b) 试样溶液的配制

称取约含 10 mg 精喹禾灵的试样于 100 mL 容量瓶中,用流动相溶解并定容,摇匀。必要时用 0.45 μ m 滤膜过滤。

c) 测定

在上述操作条件下,待仪器基线稳定后,连续注入喹禾灵对照溶液,直至相邻两针的喹禾灵 R-对映体、S-对映体的峰面积变化分别小于 1.0%(两个对映体的面积比应为 50:50,偏差不得超过 1%。若超过 1%,计算喹禾灵 R-对映体比例时应加以校正),然后注入两针试样溶液。

4.3.2.6 计算

试样中喹禾灵 R-对映体比例 K,按式(2)计算

$$K = \frac{A_R}{A_R + A_S} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

A_R ——两针试样溶液中喹禾灵 R-对映体峰面积的平均值;

A_s ——两针试样溶液中啶禾灵 S-对映体峰面积的平均值。

当对照溶液中啶禾灵 R-对映体面积超出两个对映体面积之和的 $(50 \pm 1)\%$ 时,试样中啶禾灵 R-对映体的比例 K' ,按式(3)计算:

$$K' = \frac{A_R}{A_R + A_S(A'_R/A'_S)} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

A'_R ——两针对照溶液中啶禾灵 R-对映体的峰面积的平均值;

A'_S ——两针对照溶液中啶禾灵 S-对映体的峰面积的平均值。

4.3.3 精啶禾灵质量分数的计算

试样中精啶禾灵以质量分数表示的含量 $X_2(\%)$,按式(4)计算:

$$X_2 = X_1 K \quad \dots\dots\dots (4)$$

当对照溶液中啶禾灵 R-对映体面积超出两个对映体面积之和的 $(50 \pm 1)\%$ 时,试样中精啶禾灵以质量分数表示的含量 $X'_2(\%)$,按式(5)计算:

$$X'_2 = X_1 K' \quad \dots\dots\dots (5)$$

4.4 水分的测定

按 GB/T 1600 中“卡尔·费休”法进行。

4.5 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.6 丙酮不溶物的测定

按 GB/T 19138 进行。

4.7 产品的检验与验收

产品的检验与验收应符合 GB/T 1604 的有关规定。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 精啶禾灵原药的标志、标签、包装和贮存,应符合 GB 3796、NY608 中的有关规定。

5.2 精啶禾灵原药用内有塑料袋的纸板桶或铁桶包装,应为 10 kg、25 kg、50 kg、100 kg 计量单位。也可根据用户要求或订货协议,采用其他形式的包装,但要符合 GB 3796 的要求。

5.3 包装件应存放在通风、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:本品属低毒产品。使用本品应戴防护手套。如误食,可催吐或送医院治疗。万一发生中毒现象,应立即送医院,对症治疗。

5.6 在使用说明书或包装容器上,除有相应的毒性标志外,还应有毒性说明、中毒症状、解毒方法和急救措施。

5.7 验收期:精啶禾灵原药验收期为一个月。从交货日期起,在一个月內,完成产品质量验收,其各项指标应符合标准要求。