

ICS 65.100.20  
G 25  
备案号: 65369—2018

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5433—2018

---

### 炔草酯原药

Clodinafop-propargyl technical material

2018-10-22 发布

2019-04-01 实施

---

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会 (SAC/TC133) 归口。

本标准负责起草单位：沈阳化工研究院有限公司。

本标准参加起草单位：浙江博仕达作物科技有限公司、利尔化学股份有限公司、合肥星宇化学有限责任公司、江苏永凯化学有限公司、江苏省激素研究所股份有限公司。

本标准主要起草人：杨闻翰、张立、徐黎婷、刘惠华、王传品、高清、周雪芳。

# 炔草酯原药

## 1 范围

本标准规定了炔草酯原药的要求、试验方法、验收以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由炔草酯及其生产中产生的杂质组成的炔草酯原药。

注：炔草酯的其他名称、结构式和基本物化参数参见附录 A。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 1600—2001 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—2001 商品农药采样方法

GB 3796 农药包装通则

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 19138 农药丙酮不溶物测定方法

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**炔草酯总酯** *clodinafop-propargyl mixture*

炔草酯与 (S)-对映体的总和。

## 4 要求

### 4.1 外观

类白色固体粉末，无可见的外来物及添加的改性剂。

### 4.2 技术指标

炔草酯原药还应符合表 1 的要求。

表 1 炔草酯原药控制项目指标

项 目	指 标
炔草酯质量分数/%	$\geq 96.0$
水分/%	$\leq 0.3$
丙酮不溶物 <sup>a</sup> /%	$\leq 0.2$
pH 范围	4.0~7.0
<sup>a</sup> 正常生产时, 丙酮不溶物试验每 3 个月至少进行一次。	

## 5 试验方法

### 5.1 警示

使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准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, 并保证符合国家有关法规的规定。

### 5.2 一般规定

本标准所用试剂和水, 在没有注明其他要求时, 均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 进行。

### 5.3 抽样

按 GB/T 1605—2001 中 5.3.1 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。

### 5.4 鉴别试验

红外光谱法——试样与炔草酯标样在  $4\,000\text{ cm}^{-1}$ ~ $400\text{ cm}^{-1}$  范围的红外吸收光谱图应没有明显区别。炔草酯标样的红外光谱图见图 1。

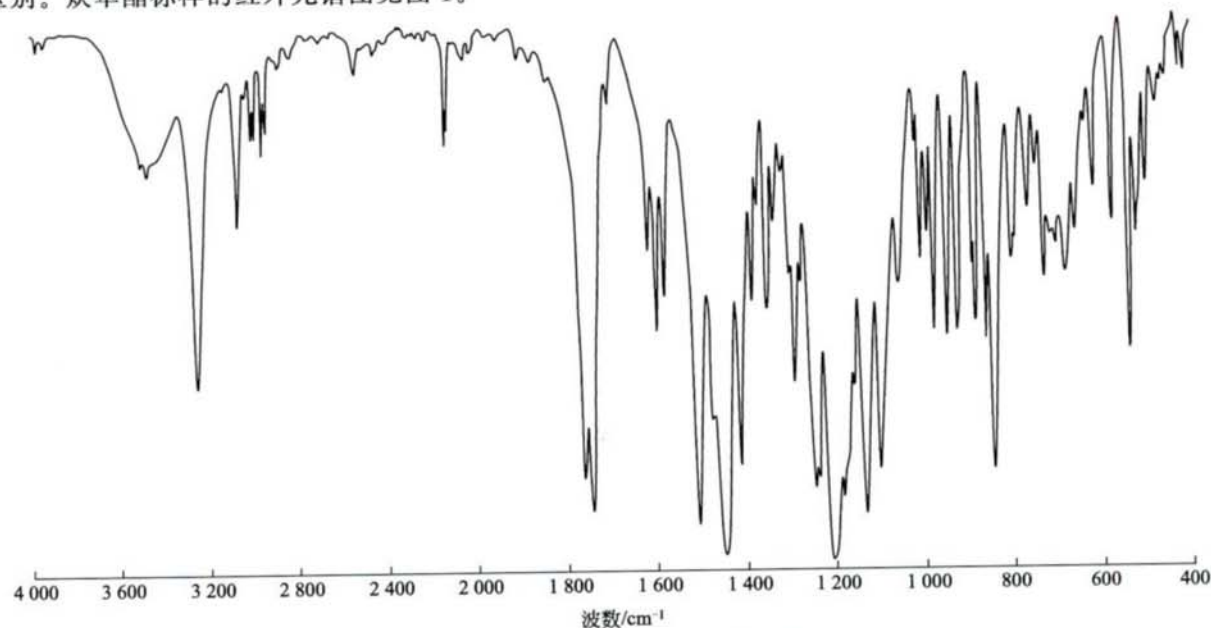


图 1 炔草酯标样的红外光谱图

液相色谱法——本鉴别试验可与炔草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炔草酯标样溶液中炔草酯色谱峰的保留时间的相对差值应在 1.5 % 以内。

## 5.5 炔草酯质量分数的测定

### 5.5.1 炔草酯总酯质量分数的测定

#### 5.5.1.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+磷酸水溶液为流动相，使用以  $C_{18}$  为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长 280 nm 下对试样中的炔草酯总酯进行反相高效液相色谱分离，以外标法定量。

#### 5.5.1.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水：超纯水或新蒸二次蒸馏水。

磷酸。

炔草酯标样：已知炔草酯总酯质量分数， $w \geq 98.0\%$ 。

#### 5.5.1.3 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 5  $\mu$ m  $C_{18}$  填充物（或具同等效果的色谱柱）。

过滤器：滤膜孔径约 0.45  $\mu$ m。

定量进样管：5  $\mu$ L。

超声波清洗器。

#### 5.5.1.4 高效液相色谱操作条件

流动相： $\phi$ (乙腈：水)=60：40，水用磷酸调 pH 值至 3.0，经滤膜过滤，并进行脱气；

流速：1.0 mL/min；

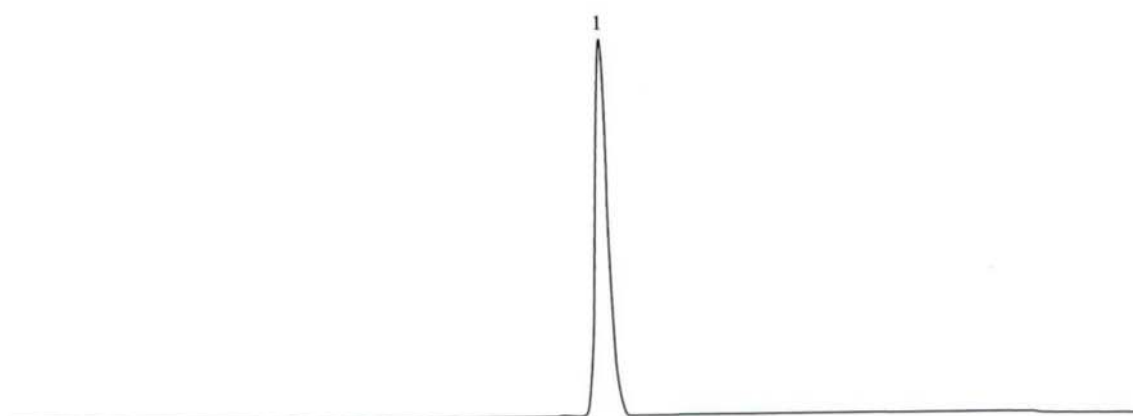
柱温：室温（温差变化应不大于 2  $^{\circ}$ C）；

检测波长：280 nm；

进样体积：5  $\mu$ L；

保留时间：炔草酯总酯约 12.0 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做适当调整，以期获得最佳效果。典型的炔草酯原药的高效液相色谱图见图 2。



说明:

1——快草酯总酯。

图2 快草酯原药的高效液相色谱图

### 5.5.1.5 测定步骤

#### 5.5.1.5.1 标样溶液的制备

称取 0.1 g (精确至 0.000 1 g) 快草酯标样于 50 mL 容量瓶中, 加入乙腈, 超声波振荡至标样完全溶解, 冷却至室温, 用乙腈定容至刻度, 摇匀。用移液管移取 5 mL 上述溶液于 50 mL 容量瓶中, 用乙腈稀释至刻度, 摇匀。

#### 5.5.1.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.1 g 快草酯的快草酯原药试样 (精确至 0.000 1 g) 于 50 mL 容量瓶中, 加入乙腈, 超声波振荡至试样完全溶解, 冷却至室温, 用乙腈定容至刻度, 摇匀。用移液管移取 5 mL 上述溶液于 50 mL 容量瓶中, 用乙腈稀释至刻度, 摇匀。

### 5.5.1.6 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, 直至相邻两针快草酯总酯峰面积的相对变化小于 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。

### 5.5.1.7 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快草酯总酯峰面积分别进行平均。试样中快草酯总酯质量分数按公式 (1) 计算:

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

式中:

$w_1$ ——试样中快草酯总酯质量分数, 以 % 表示;

$A_2$ ——试样溶液中快草酯总酯峰面积的平均值;

$m_1$ ——标样的质量的数值, 单位为克 (g);

$w$ ——标样中快草酯总酯质量分数, 以 % 表示;

$A_1$ ——标样溶液中快草酯总酯峰面积的平均值;

$m_2$ ——试样的质量的数值, 单位为克 (g)。



### 5.5.1.8 允许差

两次平行测定结果之差应不大于 1.2%，取其算术平均值作为测定结果。

### 5.5.2 炔草酯总酯中炔草酯比例的测定

#### 5.5.2.1 方法提要

试样用正己烷溶解，以正己烷+乙醇为流动相，使用以 CHIRALPAK AY-H 为填料的不锈钢柱和紫外检测器（波长 230 nm）对试样中的炔草酯进行正相高效液相色谱手性分离和测定。

#### 5.5.2.2 试剂和溶液

正己烷：色谱纯。

乙醇：色谱纯。

炔草酯消旋体标样：已知质量分数， $w \geq 98.0\%$ 。

#### 5.5.2.3 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 5  $\mu\text{m}$  CHIRALPAK AY-H 填充物（或具同等效果的色谱柱）。

过滤器：滤膜孔径约 0.45  $\mu\text{m}$ 。

定量进样管：5  $\mu\text{L}$ 。

超声波清洗器。

#### 5.5.2.4 高效液相色谱操作条件

流动相： $\phi$ (正己烷：乙醇)=90：10；

流速：1.0 mL/min；

柱温：室温（温度变化应不大于 2℃）；

检测波长：230 nm；

进样体积：5  $\mu\text{L}$ ；

保留时间：(S)-对映体约 9.0 min，炔草酯约 15.0 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做适当调整，以期获得最佳效果。典型的炔草酯消旋体标样和炔草酯原药的手性分离高效液相色谱图见图 3、图 4。

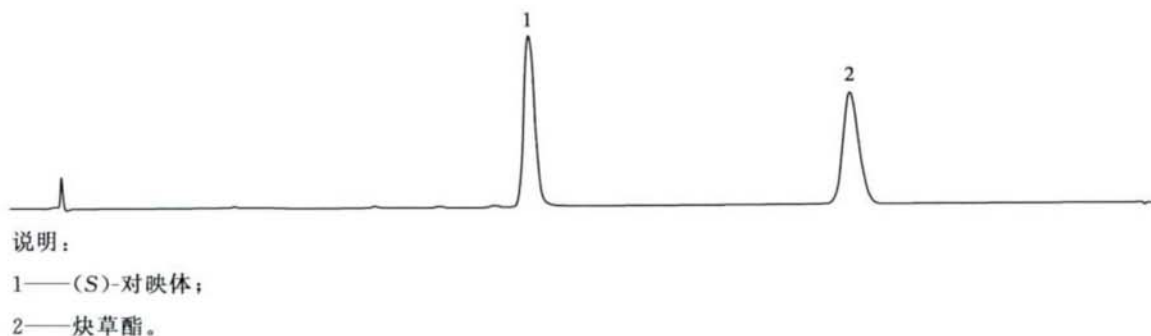


图 3 炔草酯消旋体标样的手性分离高效液相色谱图



说明:

1——(S)-对映体;

2——炔草酯。

图4 炔草酯原药的手性分离高效液相色谱图

### 5.5.2.5 测定步骤

#### 5.5.2.5.1 标样溶液的制备

称取 0.05 g (精确至 0.000 1 g) 炔草酯消旋体标样, 置于 100 mL 容量瓶中, 用正己烷溶解并稀释至刻度, 摇匀。

#### 5.5.2.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.05 g 炔草酯的炔草酯原药试样 (精确至 0.000 1 g), 置于 100 mL 容量瓶中, 用正己烷溶解并稀释至刻度, 摇匀。

### 5.5.2.6 测定

在上述操作条件下, 待仪器稳定后, 连续注入数针炔草酯消旋体标样溶液, 直至相邻两针炔草酯与 (S)-对映体峰面积之比均在 0.95~1.05 之间时, 然后注入两针试样溶液。

### 5.5.2.7 计算

试样中炔草酯比例按公式 (2) 计算:

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

式中:

$k$ ——试样中炔草酯比例;

$A_R$ ——两针试样溶液中炔草酯峰面积的平均值;

$A_S$ ——两针试样溶液中 (S)-对映体峰面积的平均值。

### 5.5.3 炔草酯质量分数的计算

试样中炔草酯质量分数按公式 (3) 计算:

$$w_2 = w_1 k \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$w_2$ ——试样中炔草酯质量分数, 以 % 表示;

$w_1$ ——试样中炔草酯总酯质量分数, 以 % 表示;

$k$ ——试样中炔草酯比例。



## 5.6 水分的测定

按 GB/T 1600—2001 中 2.1 进行。

## 5.7 丙酮不溶物的测定

按 GB/T 19138 进行。

## 5.8 pH 范围的测定

按 GB/T 1601 进行。

# 6 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。炔草酯原药的验收期为 1 个月。从收货之日起 1 个月内完成产品质量验收，其各项指标均应符合标准要求。

# 7 标志、标签、包装、贮运

## 7.1 标志、标签、包装

炔草酯原药的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定。炔草酯原药用清洁、干燥的内衬塑料袋的编织袋、纸板桶或铁桶包装，每桶净含量应不大于 25 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。

## 7.2 贮运

炔草酯原药包装件应贮存在通风、干燥的库房中。贮运时不得与食物、种子、饲料混放，避免与皮肤、眼睛接触，防止由口、鼻吸入。

附录 A  
(资料性附录)

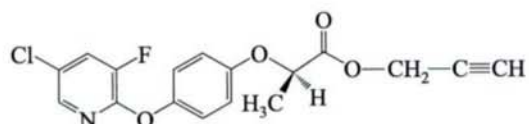
炔草酯的其他名称、结构式和基本物化参数

ISO 通用名称: Clodinafop-propargyl

CAS 登录号: 105512-06-9

化学名称: (R)-2-[4-(5-氯-3-氟-2-吡啶氧基)苯氧基]丙酸炔丙酯

结构式:



实验式:  $C_{17}H_{13}ClFNO_4$

相对分子质量: 349.7

生物活性: 除草

熔点: 59.5 °C

溶解度 (25 °C): 水中 4.0 mg/L (pH 7), 甲醇中 180 g/L, 丙酮中大于 500 g/L, 甲苯中大于 500 g/L, 正己烷中 7.5 g/L, 正辛醇中 21 g/L

稳定性: 在酸性介质中相对稳定, 在碱性介质中水解;  $DT_{50}$  (25 °C) 17.9 d (pH 4), 4.8 d (pH 7), 0.07 d (pH 9)