

ICS 65.100.20
G 26
备案号:13184—2004

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG 3719—2003

苯噻酰草胺原药

Mefenacet 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:无锡瑞泽农药有限公司。

本标准主要起草人:姜敏怡、邢君、沈小德、金祥玉、蒋金春。

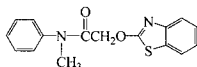
苯噻酰草胺原药

该产品有效成分苯噻酰草胺的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO 通用名称:mefenacet

化学名称：*N*-甲基-*N*-苯基-2-(1,3-苯并噻唑-2-基氧)乙酰胺

结构式：



实验式： $C_{16}H_{14}N_2O_2S$

相对分子质量：298.4(按 1997 国际相对原子质量计)

生物活性：除草

熔点：134.8℃

蒸气压(20℃)： 6.4×10^{-4} mPa；11 mPa(100℃)

溶解度(20℃, g/L)：水 0.004, 己烷 0.1~1.0, 丙酮 60~100, 异丙醇 5~10, 二氯甲烷 >200, 乙腈 30~60, 乙酸乙酯 20~50, 甲苯 20~50, 二甲基亚砜 110~220

稳定性：在 pH4~9 范围内不易水解, 对热、酸、碱、光稳定；原药(含量 90%以上)在 30℃放置六个月含量基本不变

1 范围

本标准规定了苯噻酰草胺原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由苯噻酰草胺及其生产中产生的杂质组成的苯噻酰草胺原药。

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 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：白色至浅黄色晶体粉末,无可见外来杂质。

3.2 苯噻酰草胺原药应符合表 1 要求。

表 1 苯噻酰草胺原药控制项目指标

项 目	指 标
苯噻酰草胺质量分数, %	≥ 95.0
干燥减量, %	≤ 1.0
pH 值范围	5.0~9.0
丙酮不溶物 ^a , %	≤ 0.5
^a 正常生产时, 丙酮不溶物每三个月至少进行一次。	

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——本鉴别试验可与苯噻酰草胺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苯噻酰草胺色谱峰的保留时间, 其相对差值应在 1.5% 以内。

红外光谱法——试样与标样在 4 000 cm⁻¹~400 cm⁻¹ 范围内的红外吸收光谱图应无明显差异。苯噻酰草胺标样的红外光谱图见图 1。

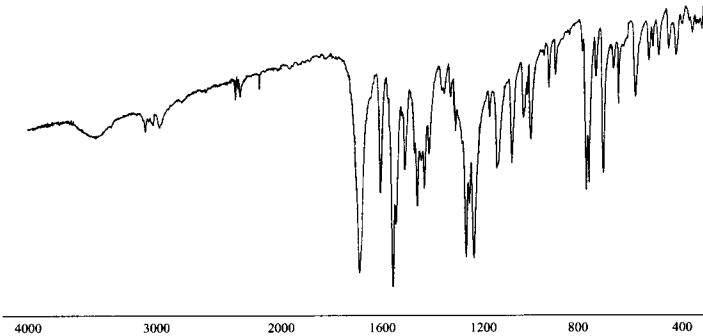


图 1 苯噻酰草胺标样红外光谱图

4.3 苯噻酰草胺质量分数的测定

4.3.1 高效液相色谱法(仲裁法)

4.3.1.1 方法提要

试样用乙腈溶液溶解, 以乙腈+水为流动相, 使用以 Nova-Pak C₁₈ 为填料的不锈钢柱和紫外检测器 (230 nm), 对试样中的苯噻酰草胺进行反相高效液相色谱分离和测定。

4.3.1.2 试剂和溶液

乙腈: 色谱级;

乙腈溶液: Ψ (乙腈: 水) = 1: 1;

水: 新蒸二次蒸馏水;

苯噻酰草胺标样:已知苯噻酰草胺质量分数 $\geq 99.0\%$ 。

4.3.1.3 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;

色谱柱:150 mm \times 3.9 mm(id)不锈钢柱,内装 Nova-Pak C_{18} , 5 μ 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 μ m;

微量进样器:50 μ L;

定量进样管:5 μ L;

超声波清洗器。

4.3.1.4 高效液相色谱操作条件

流动相: Ψ (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(温度变化应不大于 2 $^{\circ}$ C);

检测波长:230 nm;

进样体积:5 μ L;

保留时间:苯噻酰草胺约 4.8 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。
典型的苯噻酰草胺原药高效液相色谱图见图 2。

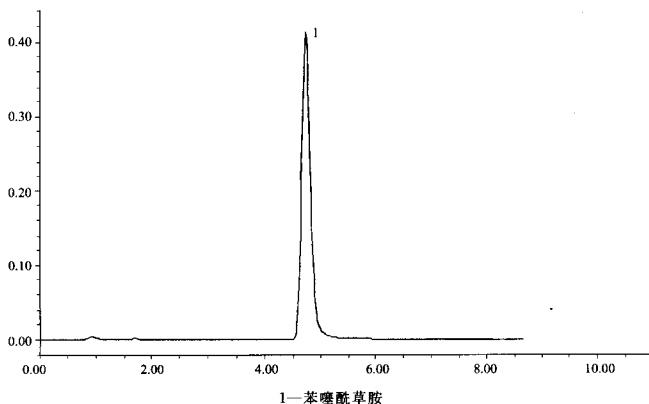


图 2 苯噻酰草胺原药高效液相色谱图

4.3.1.5 测定步骤

4.3.1.5.1 标样溶液的制备

称取苯噻酰草胺标样 0.1 g(精确至 0.000 2 g),置于 50 mL 容量瓶中,先加 10 mL 乙腈在超声波浴槽中振荡 5 min 使其溶解,恢复至室温后,用乙腈溶液稀释至刻度,摇匀;用移液管移取 5 mL 上述溶液于 50 mL 容量瓶中,用乙腈溶液稀释至刻度,摇匀。

4.3.1.5.2 试样溶液的制备

称取含苯噻酰草胺 0.1 g 的试样(精确至 0.000 2 g),置于 50 mL 容量瓶中,先加 10 mL 乙腈在超声波浴槽中振荡 5 min 使其溶解,恢复至室温后,用乙腈溶液稀释至刻度,摇匀;用移液管移取 5 mL 上

述溶液于 50 mL 容量瓶中,用乙腈溶液稀释至刻度,摇匀。

4.3.1.5.3 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,直至相邻两针苯噻酰草胺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。

4.3.1.6 计算

试样中苯噻酰草胺的质量分数 $w_1(\%)$ 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,苯噻酰草胺峰面积的平均值;

A_2 ——试样溶液中,苯噻酰草胺峰面积的平均值;

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 ——标样中苯噻酰草胺的质量分数,数值以%表示。

4.3.1.7 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。

4.3.2 气相色谱法

4.3.2.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解,以邻苯二甲酸二正辛酯为内标物,使用内壁涂 HP-5 的毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的苯噻酰草胺进行气相色谱分离和测定。

4.3.2.2 试剂和溶液

三氯甲烷;

苯噻酰草胺标样:已知苯噻酰草胺质量分数 $\geq 99.0\%$;

内标物:邻苯二甲酸二正辛酯,应没有干扰分析的杂质;

内标溶液:称取邻苯二甲酸二正辛酯 2.4 g,置于 200 mL 容量瓶中,加适量三氯甲烷溶解,并稀释至刻度,摇匀。

4.3.2.3 仪器

气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器;

色谱数据处理机;

色谱柱:30 m \times 0.32 mm(id)毛细管柱,内壁涂 HP-5,膜厚 0.25 μ m。

4.3.2.4 气相色谱操作条件

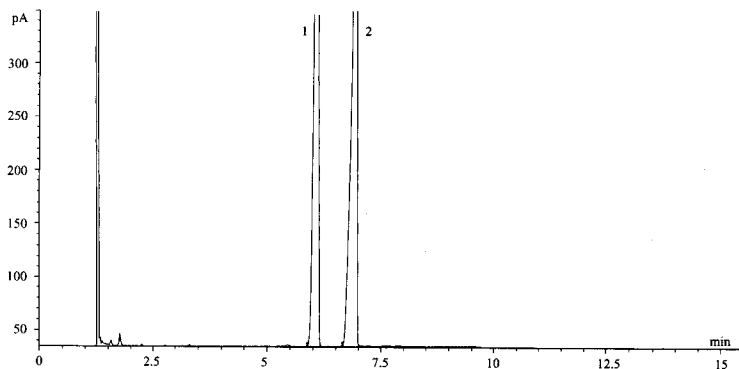
温度($^{\circ}$ C):柱温 245,气化室 280,检测器室 300;

气体流量(mL/min):载气(N_2)1.8,氢气 40,空气 400;

进样体积(μ L):1.0;

保留时间(min):邻苯二甲酸二正辛酯约 6.1,苯噻酰草胺约 7.0。

上述操作参数是典型的,可根据不同仪器特点,对给定操作参数作适当调整,以期获得最佳效果。典型的苯噻酰草胺原药气相色谱图见图 3。



1—内标物;2—苯噻草胺

图3 苯噻草胺原药气相色谱图

4.3.2.5 测定步骤

4.3.2.5.1 标样溶液的制备

称取苯噻草胺标样 0.08 g (精确至 0.000 2 g), 置于一具塞玻璃瓶中, 用移液管准确加入 5 mL 内标溶液, 摇匀。

4.3.2.5.2 试样溶液的制备

称取含苯噻草胺约 0.08 g 的试样 (精确至 0.000 2 g), 置于一具塞的玻璃瓶中, 用与上述使用的同一支移液管准确加入 5 mL 内标溶液, 摇匀。

4.3.2.5.3 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, 计算各针相对响应值的重复性, 待相邻两针苯噻草胺的相对响应值变化小于 1.2% 时, 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。

4.3.2.6 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苯噻草胺与内标物峰面积之比, 分别进行平均。

试样中的苯噻草胺质量分数 w_1 (%) 按式 (2) 计算:

$$w_1 = \frac{r_2 m_1 p}{r_1 m_2} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

r_1 ——标样溶液中, 苯噻草胺与内标物峰面积比的平均值;

r_2 ——试样溶液中, 苯噻草胺与内标物峰面积比的平均值;

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 ——标样中苯噻草胺的质量分数。

4.3.2.7 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。

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 10 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,加盖后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 $w_2(\%)$ 按式(3)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

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 进行。

4.6 丙酮不溶物的测定

4.6.1 试剂和仪器

丙酮;
标准具塞磨口锥形烧瓶:250 mL,带配套的冷凝器;
玻璃砂芯坩埚:G3;
烘箱:110℃±2℃;
吸滤瓶:500 mL。

4.6.2 测定方法

称取试样 10 g(精确至 0.01 g),放入锥形烧瓶中,加入 150 mL 丙酮,加热回流直至所有的可溶物溶解,立即通过已恒重(精确至 0.000 2 g)的坩埚过滤,再用 60 mL 丙酮,分三次洗涤锥形瓶,并抽滤。将坩埚置于烘箱中干燥 30 min,取出放入干燥器中冷却至室温,称量(精确至 0.000 2 g)。

4.6.3 计算

试样中丙酮不溶物的质量分数 $w_3(\%)$ 按式(4)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:
 m_1 ——干燥后坩埚与丙酮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 苯噻酰草胺原药的标志、标签和包装,应符合 GB 3796 的规定。
5.2 苯噻酰草胺原药应用清洁、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 苯噻酰草胺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:苯噻酰草胺为低毒除草剂,但对皮肤具有刺激性。使用本品应戴好防护用具,使用后应立即用肥皂和水洗净。如该药误入眼睛或接触皮肤,应用大量清水冲洗;若误食中毒,应立即灌喂大量清水催吐并立即送医院治疗。
- 5.6 验收期:苯噻酰草胺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。
-