



中华人民共和国国家标准

GB 22616—2008

精噁唑禾草灵原药

Fenoxaprop-P-ethyl technical

2008-12-17 发布

2009-06-01 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章为强制性的,其余为推荐性的。

本标准的附录A为资料性附录。

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:农业部农药检定所。

本标准参加起草单位:江苏天容集团股份有限公司、安徽丰乐农化有限公司、浙江海正化工股份有限公司、杭州宇龙化工有限公司。

本标准主要起草人:姜宜飞、王国联、于荣、单炜力、陈铁春、王强、缪莉、陈利伟、徐黎婷。

精噁唑禾草灵原药

本产品有效成分精噁唑禾草灵的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

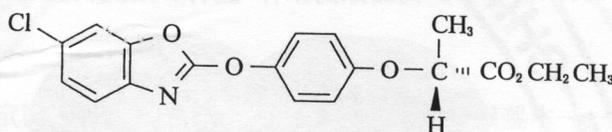
ISO 通用名称：fenoxaprop-P-ethyl

CIPAC 数字代号：484

CA 登记号：71283-80-2

化学名称：(R)-2-[4-(6-氯-1,3-苯并噁唑-2-基氧)苯氧基]丙酸乙酯

结构式：



实验式： $C_{18}H_{16}ClNO_5$

相对分子质量：361.8(按 2007 年国际相对原子质量计)

生物活性：除草

熔点： $89\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 91\text{ }^{\circ}\text{C}$

蒸气压($20\text{ }^{\circ}\text{C}$)：530 nPa

溶解度(g/L, $20\text{ }^{\circ}\text{C}$)：水 7×10^{-4} (pH 值为 5.8)，丙酮 200，甲苯 200，乙酸乙酯 >200 ，乙醇约 24

稳定性： $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 稳定 90 d，对光不敏感，遇酸、碱分解

1 范围

本标准规定了精噁唑禾草灵原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。
本标准适用于由精噁唑禾草灵及其生产中产生的杂质组成的精噁唑禾草灵原药。

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 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—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 组成和外观：本品应由精噁唑禾草灵及其生产中产生的杂质组成，应为类白色至淡黄色疏松粉末，无可见外来杂质。

3.2 精噁唑禾草灵原药应符合表 1 要求。

表 1 精噁唑禾草灵原药控制项目指标

项 目		指 标
精噁唑禾草灵质量分数/%	≥	92.0
水分质量分数/%	≤	0.3
pH 值范围		4.5~7.5
丙酮不溶物质量分数*/%	≤	0.3

^a 正常生产时,丙酮不溶物质量分数每 3 个月至少测定 1 次。

4 试验方法

4.1 抽样

按 GB/T 1605—2001 中 5.1 “商品原药采样”进行。用随机数表法确定抽样的包装件,最终抽样量不少于 100 g。

4.2 鉴别试验

高效液相色谱法——本鉴别试验可与精噁唑禾草灵质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液某色谱峰的保留时间与噁唑禾草灵标样溶液中两个对映体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——试样与标样在 $4000\text{ cm}^{-1}\sim 400\text{ cm}^{-1}$ 范围内的红外吸收光谱图,应没有明显的差异。精噁唑禾草灵标样的红外光谱图见图 1。



图 1 精噁唑禾草灵标样的红外光谱图

4.3 精噁唑禾草灵质量分数的测定

4.3.1 噁唑禾草灵质量分数的测定

4.3.1.1 方法提要

试样用流动相溶解,以正己烷和异丙醇为流动相,使用 ZORBAX SIL 为填料的不锈钢柱和可变波长紫外检测器,对试样中的噁唑禾草灵进行正相高效液相色谱分离和测定,外标法定量。也可使用毛细管气相色谱法,色谱操作条件见附录 A。

4.3.1.2 试剂和溶液

正己烷:色谱纯;

异丙醇:色谱纯;

噁唑禾草灵标样:已知质量分数 $w \geq 99.0\%$ 。

4.3.1.3 仪器

高效液相色谱仪:具有可变波长紫外检测器;

色谱数据处理机或色谱工作站;

色谱柱:250 mm×4.6 mm(i. d.)不锈钢柱,内装 ZORBAX SIL、粒径为 $5 \mu\text{m}$ 的填料;

过滤器:滤膜孔径约 $0.45 \mu\text{m}$;

微量进样器:100 μL ;

定量进样管:10 μL ;

超声波清洗器。

4.3.1.4 高效液相色谱操作条件

流动相:正己烷+异丙醇=90+10(V/V);

流量:0.8 mL/min;

柱温:室温;

检测波长:230 nm;

进样体积:10 μL ;

保留时间:噁唑禾草灵 4.8 min。

上述操作条件,系典型操作参数,可根据不同仪器及色谱柱特点,对给定的操作参数作适当调整,以期获得最佳效果。典型的噁唑禾草灵原药高效液相色谱图见图2。



1——噁唑禾草灵。

图2 噁唑禾草灵原药的高效液相色谱图

4.3.1.5 测定步骤

4.3.1.5.1 标样溶液的制备

称取噁唑禾草灵标样 0.05 g(精确至 0.000 2 g),置于 100 mL 容量瓶中,用流动相溶解并稀释至刻度,摇匀。

4.3.1.5.2 试样溶液的制备

称取含噁唑禾草灵 0.05 g 的试样(精确至 0.000 2 g),置于 100 mL 容量瓶中,用流动相溶解并稀

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,直至相邻两针噁唑禾草灵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。

4.3.1.6 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噁唑禾草灵峰面积分别进行平均。试样中噁唑禾草灵的质量分数 w_1 (%) ,按式(1)计算:

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

式中:

A_1 ——标样溶液中,噁唑禾草灵峰面积的平均值;

A_2 ——试样溶液中,噁唑禾草灵峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量,单位为克(g);

m_2 ——试样的质量,单位为克(g);

w ——标样中噁唑禾草灵的质量分数, %。

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 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,以正己烷和乙醇为流动相,使用 Chiralcel OK 为填料的不锈钢手性柱和可变波长紫外检测器,对试样中的噁唑禾草灵 R-对映体进行正相高效液相色谱分离和测定,也可使用分离效果相当的其他手性柱或流动相。

4.3.2.2 试剂和溶液

正己烷:色谱纯;

乙醇:色谱纯;

噁唑禾草灵标样:已知质量分数 $w \geq 99.0\%$ 。

4.3.2.3 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.) 不锈钢手性柱,内装 Chiralcel OK、粒径为 10 μm 的填料;

过滤器:滤膜孔径约 0.45 μm ;

微量进样器:100 μL ;

定量进样管:20 μL ;

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+乙醇=50+50(V/V);

流量:1.3 mL/min;

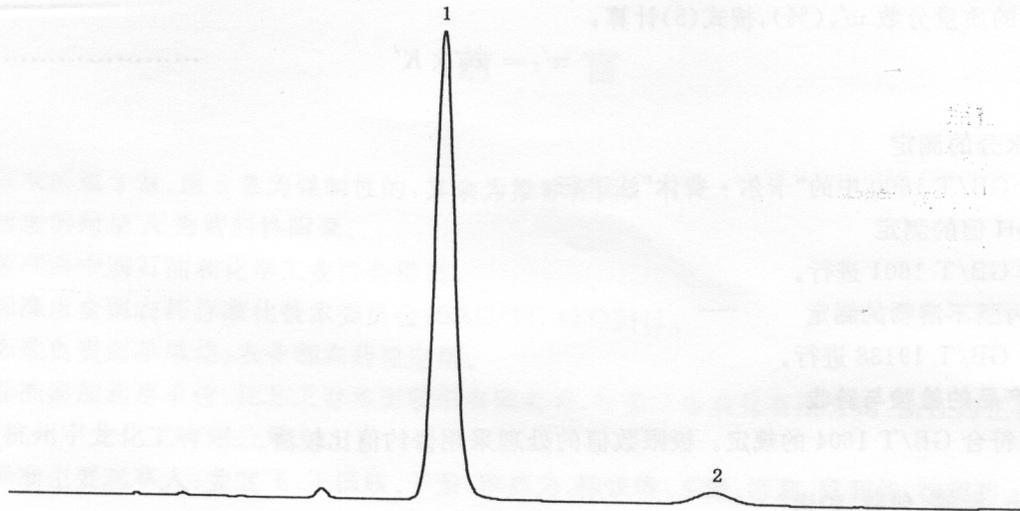
柱温:室温;

检测波长:280 nm;

进样体积:20 μL ;

保留时间:R-对映体(精噁唑禾草灵)8.4 min,S-对映体 14.5 min。

上述操作条件,系典型操作参数,可根据不同仪器及色谱柱特点,对给定的操作参数作适当调整,以期获得最佳效果。典型的精噁唑禾草灵原药高效液相色谱图见图3。



1—R-对映体(精噁唑禾草灵);
2—S-对映体。

图3 精噁唑禾草灵原药的高效液相色谱图

4.3.2.5 测定步骤

4.3.2.5.1 标样溶液的制备

称取噁唑禾草灵标样约 0.05 g, 置于 100 mL 容量瓶中, 用流动相溶解并稀释至刻度, 摇匀。

4.3.2.5.2 试样溶液的制备

称取约含精噁唑禾草灵 0.05 g 的试样, 置于 100 mL 容量瓶中, 用流动相溶解并稀释至刻度, 摇匀, 过滤。

4.3.2.5.3 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, 直至相邻两针噁唑禾草灵 R-对映体、S-对映体峰面积的相对变化小于 1.0% (两个对映体的面积比应为 50 : 50, 偏差不超过 1%。若超过 1%, 计算噁唑禾草灵 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

试样中噁唑禾草灵 R-对映体的比例 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, 噁唑禾草灵 R-对映体峰面积的平均值;

A_S ——两针试样溶液中, 噁唑禾草灵 S-对映体峰面积的平均值。

当标样溶液中噁唑禾草灵 R-对映体面积超出两个对映体面积之和的 $(50 \pm 1)\%$ 时, 试样中噁唑禾草灵 R-对映体的比例 K' , 按式(3)计算:

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

式中:

A'_R ——两针标样溶液中, 噁唑禾草灵 R-对映体峰面积的平均值;

A'_S ——两针标样溶液中, 噁唑禾草灵 S-对映体峰面积的平均值。

4.3.3 精噁唑禾草灵质量分数的计算

试样中精噁唑禾草灵的质量分数 $w_2(\%)$, 按式(4)计算:

$$w_2 = w_1 \times K \dots\dots\dots(4)$$

当标样溶液中噁唑禾草灵 R-对映体面积超出两个对映体面积之和的(50±1)% 时,试样中精噁唑禾草灵的质量分数 w'_2 (%),按式(5)计算:

$$w'_2 = w_1 \times K' \dots\dots\dots(5)$$

4.4 水分的测定

按 GB/T 1600 中的“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

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 精噁唑禾草灵原药的标志、标签、包装,应符合 GB 3796 的规定。

5.2 精噁唑禾草灵原药应用清洁、干燥的内衬塑料袋的铁桶、纸板桶、塑料桶或塑料袋包装,每件净含量一般为 25 kg。也可根据用户要求或订货协议,采用其他形式的包装,但要符合 GB 3796 的规定。

5.3 精噁唑禾草灵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:本品属低毒除草剂农药。中毒症状为恶心、呕吐,继后出现嗜睡,肢端感觉麻木,重者肌肉颤动、抽搐、昏迷、呼吸衰竭。使用本品应戴防护手套、口罩和护目镜,穿干净的防护服,施药后立即用肥皂水洗净,避免皮肤和眼睛接触药液。如果误服,应立即催吐、洗胃,也可用活性炭与轻泻剂,对症治疗。

5.6 验收期:精噁唑禾草灵原药验收期为 1 个月。从交货之日起,在 1 个月内,完成产品质量验收,其各项指标应符合标准要求。

附录 A

(资料性附录)

噁唑禾草灵质量分数毛细管气相色谱测定方法

A.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以邻苯二甲酸二环己酯为内标,用 HP-5(5%苯甲基硅酮)涂壁的石英毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的噁唑禾草灵进行气相色谱分离和测定,内标法定量。

A.2 试剂和溶液

丙酮;

噁唑禾草灵标样:已知质量分数 $w \geq 99.0\%$;

内标物:邻苯二甲酸二环己酯,应不含有干扰分析的杂质;

内标溶液:称取邻苯二甲酸二环己酯 5 g,置于 1 000 mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。

A.3 仪器

气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器;

色谱数据处理机或色谱工作站;

色谱柱:30 m×0.32 mm(i. d.)石英毛细管柱,内壁涂 HP-5(5%苯甲基硅酮),膜厚 0.25 μm 。

A.4 气相色谱操作条件

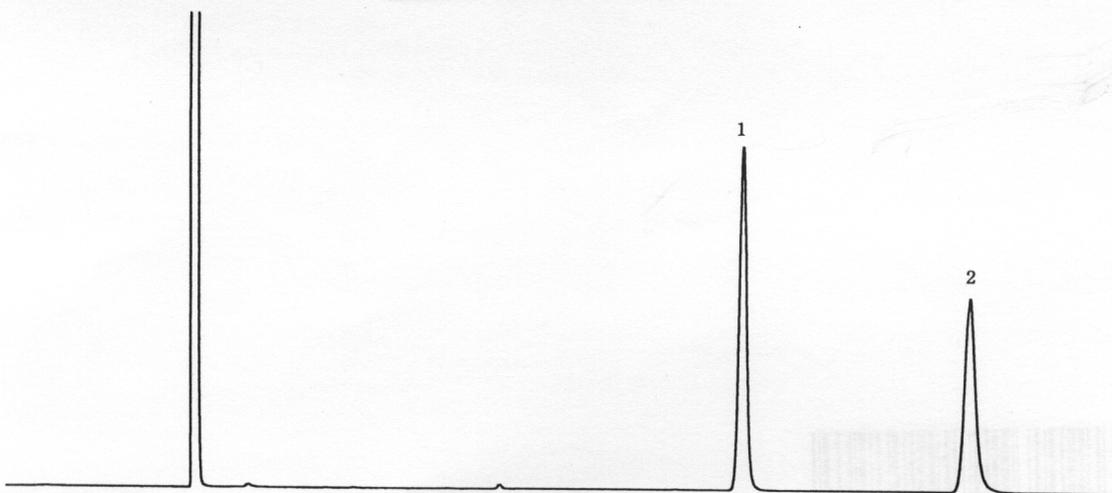
温度($^{\circ}\text{C}$):柱室 250,气化室 260,检测室 270;

气体流量(mL/min):载气(N_2)1.5,氢气 30,空气 300;

进样量:1.0 μL ;

保留时间:噁唑禾草灵约 7.8 min,邻苯二甲酸二环己酯约 5.9 min。

上述操作条件,系典型操作参数,可根据不同仪器及色谱柱特点,对给定的操作参数作适当调整,以期获得最佳效果。典型的精噁唑禾草灵原药气相色谱图见图 A.1。



1——内标物(邻苯二甲酸二环己酯);

2——噁唑禾草灵。

图 A.1 精噁唑禾草灵原药气相色谱图

A.5 测定步骤

A.5.1 标样溶液的制备

称取噁唑禾草灵标样 0.07 g(精确至 0.000 2 g),置于 15 mL 具塞玻璃瓶中,用移液管准确加入 10 mL 内标溶液,摇匀。

A.5.2 试样溶液的制备

称取含噁唑禾草灵 0.07 g 的试样(精确至 0.000 2 g),置于 15 mL 具塞玻璃瓶中,用与 A.5.1 同一支移液管准确加入 10 mL 内标溶液,摇匀。

A.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,直至相邻两针噁唑禾草灵与内标物峰面积比的相对变化小于 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。

A.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噁唑禾草灵与内标物峰面积比分别进行平均。试样中噁唑禾草灵的质量分数 w_1 (%),按式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{r_2 \times m_1 \times w}{r_1 \times m_2} \dots\dots\dots(A.1)$$

式中:

r_1 ——标样溶液中,噁唑禾草灵与内标物峰面积比平均值;

r_2 ——试样溶液中,噁唑禾草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);

w ——标样中噁唑禾草灵的质量分数, %。

A.7 允许差

两次平行测定结果相对误差,应不大于 1.2%,取其算术平均值作为测定结果。



GB 22616-2008

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-36124

定价: 14.00 元