

ICS 65.100.20
G 25



中华人民共和国国家标准

GB 22614—2008

烯草酮原药

Clethodim 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 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准的第 3 章、第 5 章是强制性的,其余是推荐性的。

本标准的附录 A 是资料性附录。

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:沈阳化工研究院。

本标准参加起草单位:江苏长青农化股份有限公司。

本标准主要起草人:梅宝贵、邢君、于海平、于亮、吕良忠。

烯草酮原药

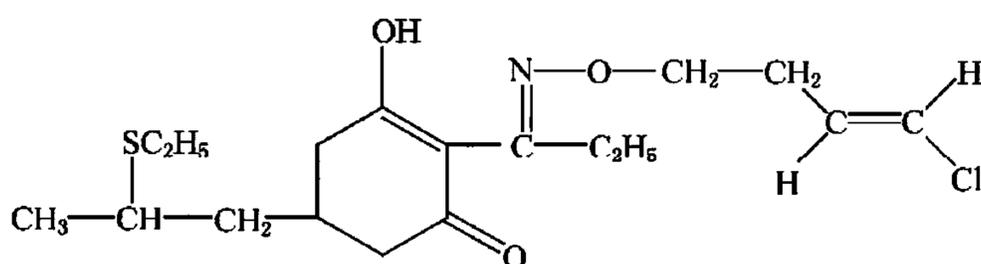
该产品有效成分烯草酮的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO 通用名称：Clethodim

CIPAC 数字代码：508

化学名称：(±)-2-[(E)-3-氯烯丙氧基亚氨基]丙基-5-[2-(乙硫基)丙基]-3-羟基环己-2-烯酮

结构式：



实验式： $C_{17}H_{26}ClNO_3S$

相对分子质量：359.9(按 2007 国际相对原子质量计)

生物活性：除草剂

沸点：低于沸点时分解

蒸气压(20℃)：小于 1×10^{-2} mPa

溶解性：不溶于水，溶于大多数有机溶剂

稳定性：在紫外线下、强酸、强碱条件下不稳定；热稳定性差

1 范围

本标准规定了烯草酮原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由烯草酮及其生产中产生的杂质组成的烯草酮原药。

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 外观

琥珀色液体。

3.2 技术指标

烯草酮原药还应符合表 1 要求。

表 1 烯草酮原药控制项目指标

项 目	指 标
烯草酮质量分数/%	\geq 85.0
水分质量分数/%	\leq 0.3
pH 值范围	5.0~7.0
丙酮不溶物质量分数 ^a /%	\leq 0.2

^a 正常生产时,丙酮不溶物质量分数每 3 个月至少测定一次。

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——本鉴别试验可与烯草酮含量的测定同时进行。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标样溶液中烯草酮的保留时间,其相对差值均应在 1.5% 以内。

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

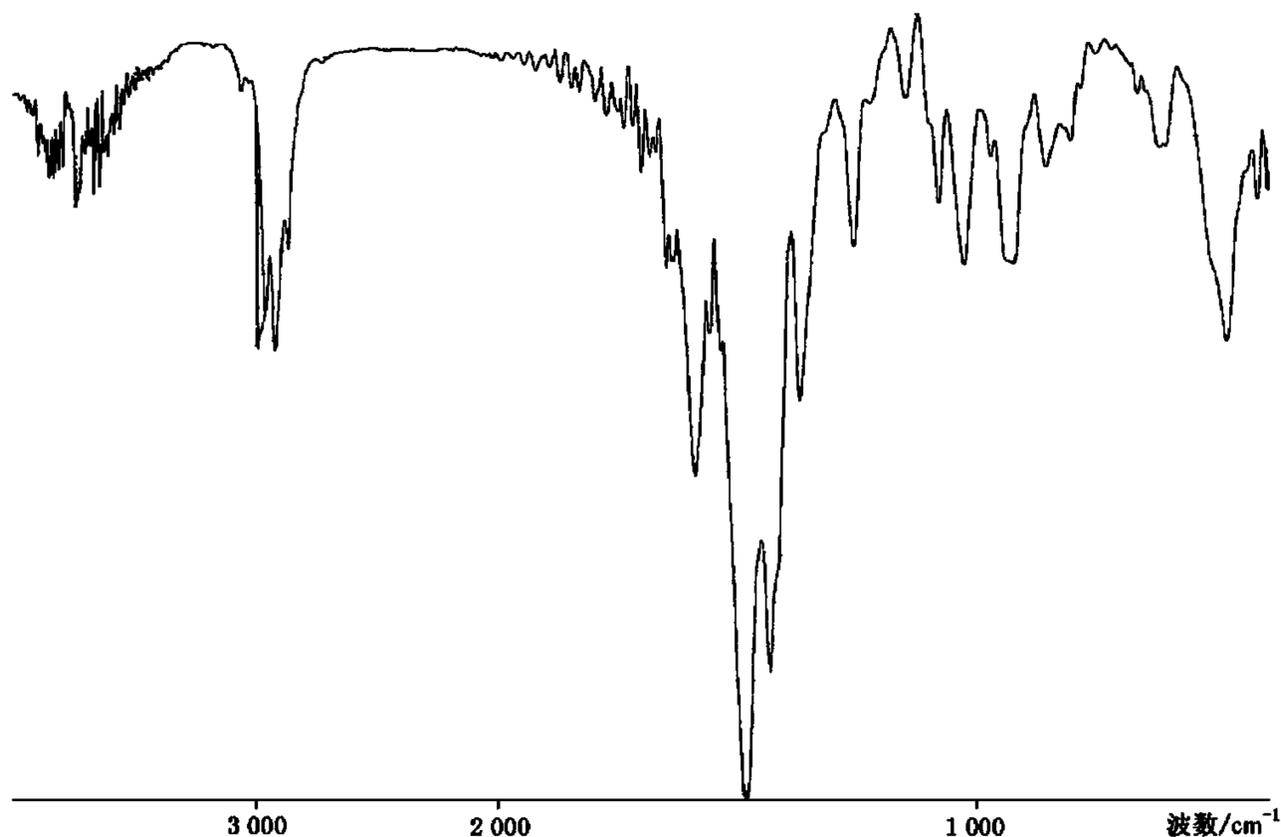


图 1 烯草酮标样的红外光谱图

4.3 烯草酮质量分数的测定

4.3.1 方法提要

试样用流动相溶解,以二氯甲烷+正己烷+冰乙酸为流动相,使用以 Hypersil silica 为填料的不锈钢柱和紫外检测器(254 nm),对试样中的烯草酮进行正相高效液相色谱分离,外标法定量。也可使用反相高效液相色谱法测定,色谱操作条件见附录 A。

4.3.2 试剂和溶液

二氯甲烷;

正己烷;

冰乙酸；

烯草酮锂盐标样：已知烯草酮锂盐质量分数 $w \geq 98.0\%$ 。

4.3.3 仪器

高效液相色谱仪：具有紫外可变波长检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱：150 mm×3.9 mm(i. d.) 不锈钢柱，内装 Hypersil silica、5 μm 填充物；

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm；

微量进样器：50 μL；

定量进样管：5 μL；

超声波清洗器。

4.3.4 高效液相色谱操作条件

流动相： ψ (二氯甲烷：正己烷：冰乙酸)=75：25：0.5，经滤膜过滤，并进行脱气；

流速：1.0 mL/min；

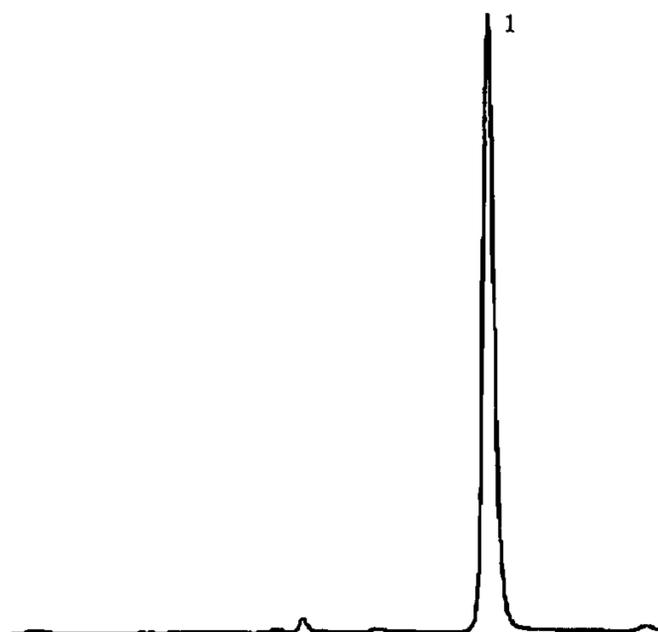
柱温：30 ℃；

检测波长：254 nm；

进样体积：5 μL；

保留时间：烯草酮约 10.4 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。典型的烯草酮原药正相高效液相色谱图见图 2。



1——烯草酮。

图 2 烯草酮原药的正相高效液相色谱图

在上述操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针烯草酮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。

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液的制备

称取烯草酮锂盐标样 0.1 g(精确至 0.000 2 g)，置于 50 mL 容量瓶中，加 3 滴冰乙酸和流动相振摇使之溶解，用流动相稀释至刻度，摇匀。用移液管吸取 5 mL 上述试液于另一 50 mL 容量瓶中用流动相稀释至刻度，摇匀。

4.3.5.2 试样溶液的制备

称取含烯草酮 0.1 g 的试样(精确至 0.000 2 g)，置于 50 mL 容量瓶中，加流动相振摇使之溶解，用流动相稀释至刻度，摇匀。用移液管吸取 5 mL 上述试液于另一 50 mL 容量瓶中用流动相稀释至刻度，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,直至相邻两针烯草酮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。

4.3.6 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烯草酮峰面积分别进行平均。试样中烯草酮的质量分数 w_1 (%)按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot w}{A_1 \cdot m_2} \times \frac{359.90}{365.84} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- A_1 ——标样溶液中,烯草酮峰面积的平均值;
- A_2 ——试样溶液中,烯草酮峰面积的平均值;
- 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 ——标样中烯草酮锂盐的质量分数,以%表示;

- 359.90——烯草酮的相对分子质量;
- 365.84——烯草酮锂盐的相对分子质量。

4.3.7 允许差

烯草酮质量分数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 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 烯草酮原药的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定。
- 5.2 烯草酮原药大包装应用清洁、干燥的聚氨酯桶包装,每桶净含量应不大于 200 kg。
- 5.3 根据用户要求或订货协议可采用其他形式的包装,但应符合 GB 3796 的规定。
- 5.4 烯草酮原药包装件应贮存在通风、干燥、低温的库房中。
- 5.5 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。
- 5.6 安全:烯草酮为低毒除草剂,使用本品时应穿戴防护用品,施药后应用肥皂洗净,万一误服,不宜催吐,应立即送医院,按有机溶剂(二甲苯)中毒治疗法治疗。
- 5.7 验收期:烯草酮原药验收期为 1 个月。从交货之日起一个月内完成产品质量验收,其各项指标均应符合标准要求。

附 录 A

(资料性附录)

烯草酮质量分数反相高效液相色谱测定方法

A.1 方法提要

试样用丙酮石油醚溶解,以乙腈+水+磷酸为流动相,使用以 Nova-Pak C₁₈ 为填料的不锈钢柱和紫外检测器(254 nm),对试样中的烯草酮进行反相高效液相色谱分离,外标法定量。

A.2 试剂和溶液

乙腈:色谱级;

水:新蒸二次蒸馏水;

丙酮;

石油醚;

磷酸;

丙酮石油醚溶液: $\psi(\text{丙酮}:\text{石油醚})=1:1$;

烯草酮锂盐标样:已知烯草酮锂盐质量分数, $w\geq 98.0\%$ 。

A.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×4.6 mm(i. d.)不锈钢柱,内装 Nova-Pak C₁₈、5 μm 填充物(或具等同效果的色谱柱);

过滤器:滤膜孔径约 0.45 μm ;

微量进样器:50 μL ;

定量进样管:5 μL ;

超声波清洗器。

A.4 反相高效液相色谱操作条件

流动相: $\psi(\text{乙腈}:\text{水})=65:35$,其中水用磷酸调节 pH 至 3.0,经滤膜过滤,并进行脱气;

流速:1.0 mL/min;

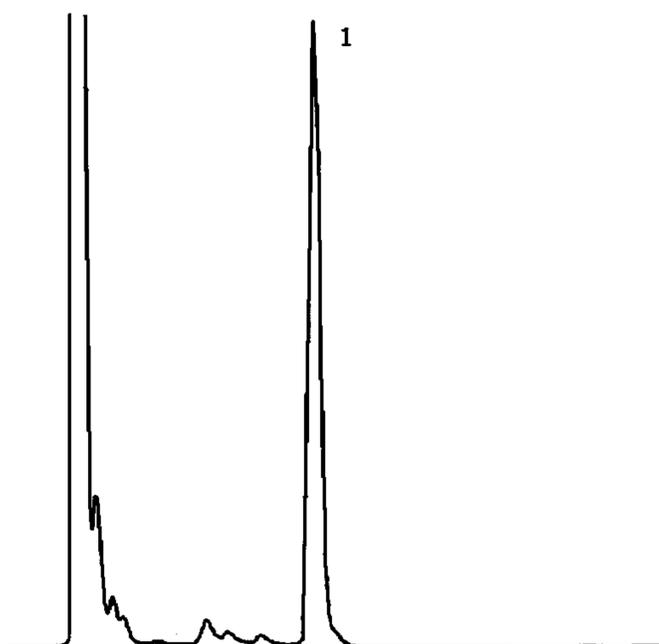
柱温:室温(温差变化应不大于 2 $^{\circ}\text{C}$);

检测波长:254 nm;

进样体积:5 μL ;

保留时间:烯草酮约 5.8 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。典型的烯草酮原药反相高效液相色谱图见图 A.1。



1——烯草酮。

图 A.1 烯草酮原药的反相高效液相色谱图

A.5 测定步骤

A.5.1 标样溶液的配制

称取 0.1 g 烯草酮锂盐标样(精确至 0.000 2 g),置于 50 mL 容量瓶中,加 3 滴冰乙酸和少量丙酮石油醚溶液振摇使之溶解,用丙酮石油醚溶液稀释至刻度,摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 于 50 mL 容量瓶中,用石油醚丙酮溶液稀释至刻度,摇匀。

A.5.2 试样溶液的配制

称取含烯草酮 0.1 g 的试样(精确至 0.000 2 g),置于 50 mL 容量瓶中,用丙酮石油醚溶液稀释至刻度,摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 于 50 mL 容量瓶中,用石油醚丙酮溶液稀释至刻度,摇匀。

A.5.3 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烯草酮峰面积分别进行平均。试样中烯草酮的质量分数 w_1 (%)按式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot w}{A_1 \cdot m_2} \times \frac{359.90}{365.84} \dots\dots\dots(A.1)$$

式中:

- A_1 ——标样溶液中,烯草酮峰面积的平均值;
- A_2 ——试样溶液中,烯草酮峰面积的平均值;
- 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 ——标样中烯草酮锂盐的质量分数,以%表示;

359.90——烯草酮的相对分子质量;
365.84——烯草酮锂盐的相对分子质量。

A.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。