

团 体 标 准

T/CCPIA 203—2022

农药中间体 1,3-环己二酮

Pesticide intermediate 1,3-Cyclohexanedione

2022 - 04 - 02 发布

2022 - 04 - 02 实施

中国农药工业协会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本文件由中国农药工业协会提出并归口。

本文件起草单位：山东福尔有限公司、浙江中山化工集团股份有限公司、河北临港化工有限公司、江苏清泉化学股份有限公司。

本文件主要起草人：单涛、杨金萍、熊攀、张桂婷、胡印强、潘智伟、王长锦。



农药中间体 1,3-环己二酮

1 范围

本文件规定了1,3-环己二酮的技术要求、试验方法、检验规则、验收期以及标志、标签、包装、储运。

本文件适用于1,3-环己二酮产品的质量控制。

注：1,3-环己二酮的其他名称、结构式和基本物化参数参见附录A。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 191 包装储运图示标志
- GB/T 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法（通用方法）
- GB/T 6678 化工产品采样通则
- GB/T 6679 固体化工产品采样通则
- GB/T 6682 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 12463 危险货物运输包装通用技术条件规定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 技术要求

4.1 外观

类白色或淡黄色粉末晶体，无机械杂质。

4.2 技术指标

1,3-环己二酮应符合表1要求。

表1 农药中间体 1,3-环己二酮控制项目指标

项 目	指 标		
	优级品	一级品	合格品
1,3-环己二酮质量分数/%	≥99.0	≥98.5	≥98.0
水分/%	≤0.30	≤0.50	≤0.50
氯化钠质量分数/%	≤0.50	≤0.50	≤1.00

5 试验方法

警示：使用本文件的人员应有实验室工作的实践经验。本文件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。

5.1 一般规定

本文件所用试剂和水在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和蒸馏水。

5.2 取样

5.3 按 GB/T 6678、GB/T 6679 进行。用随机数表法确定取样的包装件，最终抽样量应不少于 100 g。
鉴别试验

液相色谱法——本鉴别试验可与1,3-环己二酮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标样溶液中1,3-环己二酮色谱峰的保留时间，其相对差应在1.5%以内。

5.4 外观的测定

采用目测法测定。

5.5 1,3-环己二酮质量分数的测定

5.5.1 方法提要

试样用水溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以 C_{18} 为填料的不锈钢色谱柱和紫外检测器，在波长230 nm下对试样中的1,3-环己二酮进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

5.5.2 试剂和溶液

5.5.2.1 乙腈：色谱级。

5.5.2.2 磷酸。

5.5.2.3 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.5.2.4 1,3-环己二酮标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.5.3 仪器

5.5.3.1 高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

5.5.3.2 色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装 C_{18} 、5 μm 填充物（或具同等效果的色谱柱）。

5.5.3.3 定量进样管：2 μL 。

5.5.3.4 超声波清洗器。

5.5.3.5 过滤器：滤膜孔径约 0.2 μm 。

5.5.4 高效液相色谱操作条件

5.5.4.1 流动相：乙腈+0.05%磷酸溶液，经滤膜过滤并进行脱气后，在0 min~8 min间进行梯度洗脱，梯度洗脱起始体积比 $\Psi_{(\text{乙腈} : 0.05\% \text{磷酸溶液})} = 5:95$ ，梯度洗脱结束体积比 $\Psi_{(\text{乙腈} : 0.05\% \text{磷酸溶液})} = 100:0$ 。

5.5.4.2 流速：1.0 mL/min。

5.5.4.3 柱温：室温（温度变化应不大于2℃）。

5.5.4.4 检测波长：230 nm。

5.5.4.5 进样体积：2 μL 。

5.5.4.6 保留时间：4.1 min。

5.5.4.7 上述液相色谱操作条件，系典型操作参数。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1,3-环己二酮高效液相色谱图见图1。



标引序号说明：

1——1,3-环己二酮。

图1 1,3-环己二酮的高效液相色谱图

5.5.5 测定步骤

5.5.5.1 标样溶液的制备

称取0.05 g（精确到0.0001 g）1,3-环己二酮标样，置于50 mL容量瓶中，加入45 mL水，超声波振荡5 min，冷却至室温，用水稀释至刻度，摇匀。

5.5.5.2 试样溶液的制备

称取含0.05 g（精确到0.0001 g）1,3-环己二酮的试样，置于50 mL容量瓶中，加入45 mL水，超声波振荡5 min，冷却至室温，用水稀释至刻度，摇匀。

5.5.5.3 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1,3-环己二酮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。

5.5.5.4 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的1,3-环己二酮峰面积分别进行平均，试样中1,3-环己二酮质量分数按式（1）计算：

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

式中：

w_1 ——试样中1,3-环己二酮的质量分数，以%表示；

A_2 ——试样溶液中1,3-环己二酮峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量的数值，单位为克（g）；

w ——标样中1,3-环己二酮的质量分数，以%表示；

A_1 ——标样溶液中1,3-环己二酮峰面积的平均值；

m_2 ——试样的质量的数值，单位为克（g）。

5.5.6 允许差

1,3-环己二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。

5.6 氯化钠质量分数的测定

5.6.1 试剂和溶液

5.6.1.1 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.6.1.2 硫酸铁铵（0.01 g/mL）。

5.6.1.3 硝酸银（0.1 mol/L）。

5.6.1.4 硝酸（5 mol/L）。

5.6.1.5 硫氰化钾（0.1 mol/L）。

5.6.2 仪器

5.6.2.1 碱式滴定管。

5.6.2.2 超声波清洗器。

5.6.2.3 过滤器。

5.6.3 测定步骤

5.6.3.1 试样溶液的制备

称取3.0 g（精确至0.01 g）试样于250 mL锥形瓶中，加入5-10 mL水，用移液管移入5 mL硝酸和10 mL硝酸银，摇匀，超声波振荡5 min，过滤，用水洗涤锥形瓶3次（单次用水量5-10 mL），合并洗涤液和过滤溶液，备用。

5.6.3.2 测定

向制备好的试样溶液中加入2 mL硫酸铁铵指示剂，用硫氰化钾溶液反滴定溶液中的银离子，至溶液呈现淡棕红色时为终点。

5.6.3.3 计算

试样中氯化钠质量分数按式（2）计算：

$$w = \frac{M \times (c_1 \times v_1 - c_2 \times v_2)}{m} \dots \dots \dots (1)$$

式中：

w ——试样中氯化钠的质量分数，以%表示；

M ——氯化钠摩尔质量，单位为克/摩尔（g/mol）；

c_1 ——硝酸银摩尔浓度，单位为摩尔/升（mol/L）；

v_1 ——滴定中加入的硝酸银体积，单位为毫升（mL）；

c_2 ——硫氰化钾摩尔浓度，单位为摩尔/升（mol/L）；

v_2 ——滴定中消耗的硫氰化钾溶液体积，单位为毫升（mL）；

m ——试样的质量的数值，单位为克（g）。

5.6.4 允许差

氯化钠质量分数两次平行测定结果的相对偏差应不大于5%，取其算术平均值作为测定结果。

5.7 水分的测定

按 GB/T 6283 进行。

6 检测规则

6.1 出厂检验

每批产品均应做出厂检验，经检验合格签发合格证后，方可出厂。出厂检验项目为第4章技术指标所有项目。

6.2 型式检验

型式检验与出厂检验相同。

6.3 判定规则

按 GB/T 8170—2008 中4.3.3判定检验结果是否符合本文件要求。

按第5章检验方法对产品进行出厂检验和型式检验，任一项目不符合第4章的技术要求判为该批次产品不合格。

7 标志、标签、包装、储运

7.1 标志、标签和包装

1,3-环己二酮的包装上应标注有产品名称、商标、批号、净含量、生产厂家名称、厂址、生产日期、保质期等内容，或按照客户需求增加标识。包装标志应符合 GB/T 191 规定。

1,3-环己二酮采用清洁、干燥内衬塑料袋及铝箔袋的牛皮纸袋或纸板桶或内衬保护层的编织袋进行真空包装。每袋或每桶净含量一般25 kg、50 kg、250 kg。也可根据用户要求或订货协议，采用其他形式的包装，但应符合 GB 12463 的规定。

7.2 储运

1,3-环己二酮包装件宜储存在低温（2℃~8℃）、通风、干燥的库房中，室温条件下储存也可以，但应根据实际情况适当缩减储存周期。储运时，严防潮湿、日晒和机械损伤。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。

8 验收期

由于产品容易吸潮板结,建议在规定的运输和储存条件下,1,3-环己二酮的验收期从生产日期算起:常温储存12个月,8℃以下储存24个月。验收期内,各项指标均应符合本文件要求。



附录 A

(资料性)

1,3-环己二酮的其他名称、结构式和基本物化参数

1,3-环己二酮的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——ISO 通用名称：1,3-Cyclohexanedione；

——CAS 登录号：[504-02-9]；

——化学名称：1,3-环己二酮；

——结构式：



——分子式： $C_6H_8O_2$ ；

——相对分子质量：112.13；

——熔点： $101\text{ }^{\circ}\text{C}$ ~ $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ ；

——溶解性：溶于水，溶于乙醇等有机溶剂；

——稳定性：在规定储存条件下不会发生分解，避免与氧化物接触。



CCPIA

中华人民共和国
团体标准
农药中间体 1,3-环己二酮
T/CCPIA 203—2022

*

中国农药工业协会
(北京市朝阳区农展南里12号通广大厦7层)
(邮政编码: 100125 网址: www.ccpia.org.cn)

*

2022年4月第1版 2022年4月北京第1次印刷

如有印装差错 由本发行单位调换
联系电话: (010) 84885183