ICS 65. 100. 01 CCS G 25

团体标标准

T/CCPIA 230-2023

解草啶

Fenclorim

2023-05-16 发布 2023-05-16 实施

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: 江苏常隆农化有限公司、江苏莱科化学有限公司、中化化工科学技术研究总院有限公司。

本文件主要起草人: 张继伟、王鹏思、田庆海、芮燕春、于迟、张中泽、范娅。



解草啶

1 范围

本文件规定了解草啶的技术要求、试验方法、检验规则、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运。

本文件适用于解草啶产品的质量控制。

注: 解草啶的其他名称、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 601—2002 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 1604 商品农药验收规则

GB/T 1605-2001 商品农药采样方法

GB/T 3796 农药包装通则

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

GB/T 28135 农药酸(碱)度测定方法 指示剂法

GB/T 30361—2013 农药干燥减量的测定方法

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

白色至棕红色粉末。

4.2 技术指标

解草啶应符合表1要求。

表 1 解草啶控制项目指标

项目	指标
解草啶质量分数/%	≥98.0
干燥减量/%	≤1.0
酸度(以 H ₂ SO ₄ 计)/ _%	≤0.1
丙酮不溶物 ª/%	≤0.2
a 正常生产时,丙酮不溶物每3个月至少测定一次。	

5 试验方法

T/CCPIA 230-2023

警告: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

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数,最终取样量应不少于100 g。

5.3 鉴别试验

气相色谱法——本鉴别试验可与解草啶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标样溶液中解草啶色谱峰的保留时间,其相对差值应在1.5%以内。

5.4 外观的测定

采用目测法测定。

5.5 解草啶质量分数的测定

5.5.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以邻苯二甲酸二丁酯为内标物,使用以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,对试样中的解草啶进行气相色谱分离,内标法定量。

5.5.2 试剂和溶液

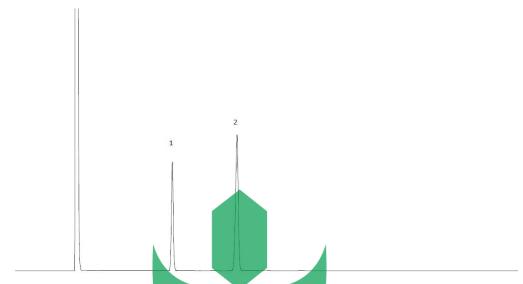
- 5.5.2.1 丙酮。
- 5.5.2.2 内标物:邻苯二甲酸二丁酯,应不含有干扰分析的杂质。
- 5.5.2.3 内标溶液: 称取 2.0 g 邻苯二甲酸二丁酯于 250 mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。
- 5.5.2.4 解草啶标样:已知质量分数, $\omega \ge 98.0\%$ 。

5.5.3 仪器

- 5.5.3.1 气相色谱仪: 具有氢火焰离子化检测器。
- 5. 5. 3. 2 色谱柱: 30 m×0. 32 mm (i.d.) 石英毛细管柱,内壁涂 5% 苯甲基硅酮、0. 25 μm 填充物。 (或具有同等效果的色谱柱)。
- 5.5.3.3 过滤器:滤膜孔径约 0.45 μm。
- 5.5.3.4 超声波清洗器。

5.5.4 气相色谱操作条件

- 5.5.4.1 气体流量(mL/min): 载气(N₂)2.0, 氢气30, 空气300。
- 5.5.4.2 温度 (℃): 柱室 195, 检测器室 280, 气化室 280。
- 5.5.4.3 分流比: 40:1。
- 5.5.4.4 进样体积: 1.0 μL。
- 5.5.4.5 保留时间(min): 解草啶约2.5, 内标物约3.6。
- 5.5.4.6 上述气相色谱操作条件,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。典型的解草啶与内标物的气相色谱图见图 1。



标引序号说明:

1---解草啶。

2-----内标物。

图 1 解草啶与内标物气相色谱图

5.5.5 测定步骤

5. 5. 5. 1 标样溶液的制备

称取0.05 g (精确至0.000 1 g) 解草啶标样,置于具塞玻璃瓶中,用移液管加入10 mL内标溶液,摇匀,过滤。

5.5.5.2 试样溶液的制备

称取含0.05~g (精确至0.000~1~g)解草啶的试样,置于具塞玻璃瓶中,用移液管加入10~mL内标溶液,摇匀,过滤。

5.5.5.3 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,直至相邻两针解草啶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。

5.5.6 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解草啶和内标物的峰面积比分别进行平均。试样中解草啶的质量分数按式(1)计算:

$$\omega_1 = \frac{\gamma_2 \times m_1 \times \omega}{\gamma_1 \times m_2} \cdot \dots (1)$$

式中:

 ω_1 —解草啶质量分数,以百分数(%)表示;

r。——试样溶液中解草啶与内标物峰面积比的平均值;

 m_1 —解草啶标样的质量的数值,单位为克 (g);

 ω ——解草啶标样的质量分数,以百分数(%)表示;

 r_1 ——标样溶液中解草啶与内标物峰面积比的平均值;

 m_2 ——试样的质量的数值,单位为克 (g)。

5.5.7 允许差

解草啶质量分数两次平行测定结果之差应不大于1.0%,取其算术平均值作为测定结果。

T/CCPIA 230-2023

5.6 干燥减量的测定

按 GB/T 30361—2013中2.1规定执行。样品放置在80 ℃±2 ℃的烘箱中加热2 h (或烘至恒重)。

5.7 酸度的测定

按 GB/T 28135 规定执行。

5.8 丙酮不溶物的测定

按 GB/T 19138 规定执行。

6 检验规则

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章技术指标中除丙酮不溶物以外的所有项目。

6.2 型式检验

型式检验项目为第4章中的全部项目,在正常连续生产情况下,每3个月至少进行一次。有下述情况之一,应进行型式检验:

- a) 原料有较大改变,可能影响产品质量时;
- b) 生产地址、生产设备或生产工艺有较大改变,可能影响产品质量时;
- c) 停产后又恢复生产时:
- d) 国家法定质量监管机构提出型式检验要求时。

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。 出厂检验和型式检验中任一项目不符合第4章的技术要求判为该批次产品不合格。

7 验收和质量保证期

7.1 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

7.2 质量保证期

在8.2的储运条件下,解草啶的质量保证期,从生产日期算起为2年。质量保证期内,各项指标均应符合本文件要求。

8 标志、标签、包装、储运

8.1 标志、标签和包装

解草啶的标志、标签和包装,应符合 GB 3796 的规定;解草啶采用塑编袋内衬塑料袋包装,每袋净重25 kg。也可以根据用户要求或订货协议,采用其他形式的包装,但应符合 GB 3796 的规定。

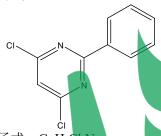
8.2 储运

解草啶包装件应储存在通风、干燥的仓库中。储运时,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。

附 录 A (资料性) 解草啶的其他名称、结构式和基本物化参数

解草啶的其他名称、结构式和基本物化参数如下:

- ——ISO 通用名称: Fenclorim;
- ——CAS 登录号: [3740-92-9];
- ——化学名称: 4,6-二氯-2-苯基嘧啶;
- ---结构式:



- ——分子式: C₁₀H₆Cl₂N₂;
- ——相对分子质量: 225.1;
- ——生物活性:除草剂安全剂;
- ——熔点: 96.9 ℃;
- ——蒸气压(20 ℃): 12 mPa;
- 溶解度(20 ℃): 水 2.5 mg/L; 丙酮 14%, 环己酮 28%, 二氯甲烷 40%, 甲苯 35%, 二甲苯 30%, 己烷 4%, 甲醇 1.9%, 正辛醇 4.2%, 异丙醇 1.8%;
 - ——稳定性:在中性、酸性和弱碱性介质中稳定,400 ℃以下稳定,土壤中 pKa 4.23。

CCPIA

中华人民共和国 团体标准 解草啶 T/CCPIA 230—2023

*

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)

*

2023年5月第1版 2023年5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