

团 体 标 准

T/CCPIA XXX-2020

唑草酮原药

Carfentrazone-ethyl technical material

(征求意见稿)

2020-XX-XX 发布

2020-XX-XX 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》给出的规则起草。

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。

本文件由中国农药工业协会归口。

本文件起草单位：XXX

本文件主要起草人：XXX

唑草酮原药

1 范围

本文件规定了唑草酮原药的要求、试验方法、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运。

本文件适用于由唑草酮及其生产中产生的杂质组成的唑草酮原药。

注：唑草酮的其他名称、结构式和基本物化参数参见附录A。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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 1600—2001 农药水分测定方法

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 6682—2008 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/T 19138 农药丙酮不溶物测定方法

GB/T 28135—2011 农药酸（碱）度测定方法 指示剂法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 要求

4.1 外观

浅黄色至浅棕色粘稠液体。

4.2 技术指标

唑草酮原药还应符合表 1 要求。

表1 唑草酮原药控制项目指标

项 目	指 标
唑草酮质量分数，%	≥ 95.0
水分，%	≤ 0.5
酸度（以 H ₂ SO ₄ 计），%	≤ 0.3
丙酮不溶物 ^a ，%	≤ 0.5
^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

安全提示：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，并保证符合国家有关法规的规定。

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 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 进行。

5.2 抽样

按 GB/T 1605—2001 中 5.3.1 方法进行。用随机数表法确定抽样的包装件，最终抽样量不少于 100 g。

5.3 鉴别试验

红外光谱法——试样与标样在 4 000 cm⁻¹～650 cm⁻¹ 范围内的红外吸收光谱图应无明显差异，唑草酮标样的红外光谱图见图 1。

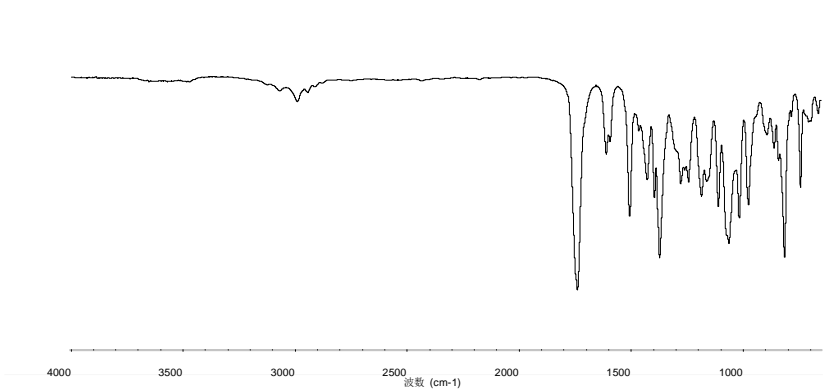


图1 唑草酮标样红外光谱图

高效液相色谱法——本鉴别试验可与唑草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唑草酮色谱峰的保留时间，其相对差值应在1.5%以内。

5.4 唑草酮质量分数的测定

5.4.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相，使用以 ZORBAX SB-C₁₈ 为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长 245 nm 下对试样中的唑草酮进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

5.4.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

唑草酮标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.4.3 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：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装 ZORBAX SB-C₁₈、5 μm 填充物（或同等效果的色谱柱）。

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。

5.4.4 高效液相色谱操作条件

流动相： ψ （乙腈：水）= 60：40，经滤膜过滤，并进行脱气。

流量：1.0 mL/min。

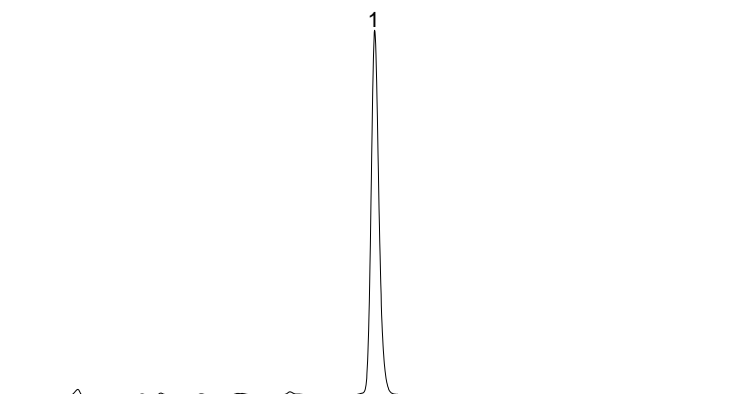
柱温：30 °C ± 2 °C。

检测波长：245 nm。

进样体积：5 μL。

保留时间：唑草酮约 7.3 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。典型的唑草酮原药高效液相色谱图见图 2。



说明：

1——唑草酮。

图2 唑草酮原药的高效液相色谱图

5.4.5 测定步骤

5.4.5.1 标样溶液的制备

称取0.05 g（精确至0.000 1 g）唑草酮标样，置于100 mL容量瓶中，加入适量乙腈，超声波振荡5 min，冷却至室温，用乙腈稀释至刻度，摇匀。

5.4.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.05 g（精确至 0.000 1 g）唑草酮的试样，置于 100 mL 容量瓶中，加入适量乙腈，超声波振荡 5 min，冷却至室温，用乙腈稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.4.5.3 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，直至相邻两针唑草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。

5.4.5.4 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唑草酮峰面积分别进行平均，试样中唑草酮质量分数按式（1）计算：

$$\omega_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times \omega}{A_1 \times m_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ω_1 ——试样中唑草酮的质量分数，以%表示；

A_2 ——试样溶液中唑草酮峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，单位为克（g）；

ω ——标样中唑草酮的质量分数，以%表示；

A_1 ——标样溶液中唑草酮峰面积的平均值；

m_2 ——试样的质量，单位为克（g）。

5.4.6 允许差

唑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。

5.5 水分的测定

按 GB/T 1600—2001 中 2.1 进行。

5.6 酸度的测定

按 GB/T 28135—2011 中 3.4.1 进行。称取 3.0 g ~ 5.0 g（精确至 0.01 g）试样，用 0.02 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液滴定至浅绿色即为终点。

5.7 丙酮不溶物的测定

按 GB/T 19138 进行。

6 验收和质量保证期

6.1 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

6.2 质量保证期

在规定的储运条件下，唑草酮原药的质量保证期，从生产日期算起为 2 年。质量保证期内，各项指标均应符合文件要求。

7 标志、标签、包装、储运

7.1 标志、标签和包装

唑草酮原药的标志、标签和包装，应符合 GB 3796 的规定。

唑草酮原药可采用 HDPE 塑料桶或钢桶包装，每桶净含量 25 kg。也可以根据用户要求和订货协议采用其它形式的包装，但要符合 GB 3796 中的有关规定。

7.2 储运

唑草酮原药包装件应储存在通风、干燥的库房中。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 (资料性附录)

唑草酮的其他名称、结构式和基本物化参数

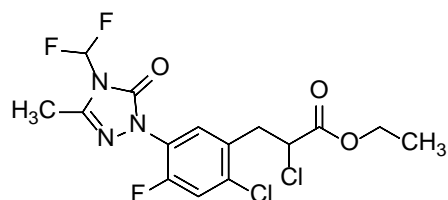
A.1 本产品有效成分唑草酮的其他名称、结构式和基本物化参数

ISO 通用名称: Carfentrazone-ethyl

CAS登记号: 128639-02-1

化学名称: (RS)-2-氯-3-[2-氯-5-(4-二氟甲基-4,5-二氢-3-甲基-5-氧-1H-1,2,3-三唑-1-基)-4-氟苯基]丙酸乙酯

结构式:



实验式: $C_{15}H_{14}Cl_2F_3N_3O_3$

相对分子质量: 412.2

生物活性: 除草

熔点: $-22.1\text{ }^{\circ}\text{C}$

蒸气压 ($25\text{ }^{\circ}\text{C}$): 0.016 mPa

溶解度 ($20\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 25\text{ }^{\circ}\text{C}$): 水 12.0 mg/L ($20\text{ }^{\circ}\text{C}$), 22.0 mg/L ($25\text{ }^{\circ}\text{C}$)。与丙酮、二氯甲烷、乙醇、乙酸乙酯等互溶, 己烷 30, 甲苯 900 (g/L)。

稳定性: 水解稳定性 DT_{50} 3.6 h (pH 9), 8.6 h (pH 7); pH 5 时稳定; 水中光解 DT_{50} 8 d。