

团 体 标 准

T/CCPIA XXX—2020

农药中间体 3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二 嗪

Pesticides intermediate 3-methyl-4-nitroimino-perhydro-1,3,5-oxadiazine

(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

本文件依据GB/T 1.1—2020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

农药中间体 3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪

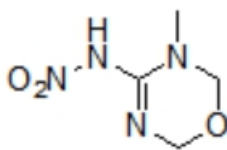
1 范围

本文件规定了农药中间体 3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和储存。

本文件适用于以甲基硝基胍与多聚甲醛在酸性条件下反应制得的农药中间体 3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪。

分子式： $\text{C}_4\text{H}_8\text{N}_4\text{O}_3$

结构式：



相对分子质量：160.13（按 2016 年国际相对原子质量）

CAS 号：153719-38-1

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 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 化工产品采样总则

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

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 12463-2009 危险货物运输包装通用技术条件

GB/T 21781-2008 化学品的熔点及熔融范围试验方法 毛细管法

3 要求

3.1 外观

白色粉末。

3.2 技术指标

3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪应符合表1要求。

表 1 3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪控制项目指标

项 目	指 标
3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪质量分数, $\omega/\%$	≥ 98.0
水分, $\omega/\%$	≤ 0.5
熔点/ $^{\circ}\text{C}$	140.0~145.0

4 试验方法

4.1 警示

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。

4.2 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。

4.3 外观的测定

取适量试样，置于清洁、干燥的玻璃皿上，在自然光线下目测观察。

4.4 3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样用水溶解，以甲醇+水为流动相，使用以 C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长234nm下对试样中的3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪进行高效液相色谱分离，外标法定量。

4.4.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水：新蒸二次蒸馏水。

3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

4.4.3 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 C_{18} 、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。

4.4.4 高效液相色谱操作条件

流动相： $\Psi[\text{甲醇}:\text{水}]=15:85$ ，经滤膜过滤，并进行脱气。

流速：0.8 mL/min。

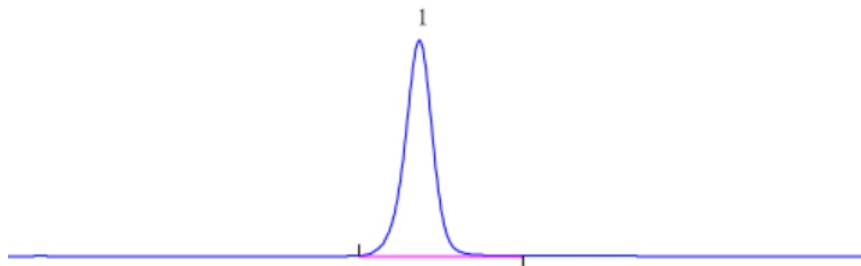
柱温：25 $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：234 nm。

进样体积：5 μ L。

保留时间：3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪约5.2 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3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪高效液相色谱图见图1。



说明：

1—3-甲基-4-硝基亚胺基-1,3,5-噁二嗪；

图1 3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪的高效液相色谱图

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的制备

称取0.01 g（精确至0.000 01 g）3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪标样，置于50 mL容量瓶中，加入约40 mL水，超声波振荡3 min使其溶解，冷却至室温，用水稀释至刻度，摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的制备

称取含0.01 g（精确至0.000 01 g）3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪的试样，置于50 mL容量瓶中，加入约40 mL水，超声波振荡3 min使其溶解，冷却至室温，用水稀释至刻度，摇匀。

4.4.5.3 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3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪峰面积的相对变化小于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。

4.4.6 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的3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪峰面积分别进行平均，试样中3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪的质量分数按式（1）计算：

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

式中：

ω_1 ——试样中3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪的质量分数，以%表示；

A_2 ——试样溶液中3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，单位为克（g）；

ω ——标样中3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪的质量分数，以%表示；
 A_1 ——标样溶液中3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪峰面积的平均值；
 m_2 ——试样的质量，单位为克（g）。

4.4.7 允许差

3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪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，计算结果保留到小数点后1位。

4.5 水分的测定

按GB/T 6283进行。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于0.05%。

4.6 熔点的测定

按GB/T 21781-2008中“熔点的试验方法”的规定，用自动熔点仪测定样品终熔点。

5 检验规则

5.1 出厂检验

第3章规定的全部项目为出厂检验项目。

5.2 组批规则

农药中间体 3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪以同等质量的产品为一批，可按产品贮罐组批，或者按生产周期组批。

5.3 采样

按GB/T 6678、GB/T 6679的规定，以批为单位采样，采样量不少于200 g。将所取样品混合均匀后，分别装于2个清洁、干燥的瓶或袋中，密封，贴上标签，一份由质检部门检验，另一份密封保存备查。

5.4 合格判定

检验结果的判定按GB/T 8170规定的修约值比较法进行。如果检验结果中有一项指标不符合本文件的要求，应重新自两倍量的包装单元中采样进行复检。复检结果如仍有一项指标不符合本文件的要求，则整批产品判为不合格。复检结果如符合标准要求则应判为合格。

6 标志、包装、运输、储存

6.1 标志

农药中间体 3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪的包装上应标注有产品名称、商标、批号、净含量、生产厂名称、厂址、生产日期、保质期等内容，或按照客户需求进行增加标识，包装标志应符合 GB/T 191 的规定。

6.2 包装

农药中间体3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪用纸塑复袋内衬黑色塑料袋包装,每袋净重量25 kg,或用塑料容器包装,每桶净重200 kg,或根据用户要求和订货协议采用其他形式的包装,但需符合GB 12463的规定。

6.3 运输

农药中间体 3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪在运输时不得抛摔,应轻卸轻放,防止碰撞、雨淋、明火,雨淋,不得与食品、种子、饲料等混装混运。

6.4 储存

农药中间体 3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪需存放于干燥、通风的仓库内,避光、密闭储存,不能与食物、饮品及饲料混放,并防止高温,严禁烟火。
