

团 体 标 准

T/CCPIA XXX—2020

农药中间体—2-氯-5-氯甲基噻唑

Pesticides intermediate 2-Chloro-5-chloromethylthiazole

（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

本标准按照 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。

本标准由中国农药工业协会提出。

本标准由中国农药工业协会归口。

本标准起草单位：XXX

本标准主要起草人：XXX

农药中间体 2-氯-5-氯甲基噻唑

1 范围

本标准规定了 2-氯-5-氯甲基噻唑的要求、试验方法、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运。

本标准适用于由 2-氯-5-氯甲基噻唑及其生产中产生的杂质组成的 2-氯-5-氯甲基噻唑。

注：2-氯-5-氯甲基噻唑的其他名称、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 6283—2008 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法（通用方法）

NY/T 1860.2—2016 农药理化性质测定试验导则 第2部分：酸(碱)度

GB/T 1604—1995 商品农药验收规则

GB/T 6678—2003 化工产品采样总则

GB/T 6680—2003 液体化工产品采样通则

GB 3796—2018 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

3 要求

3.1 外观

无色或浅黄色液体(晶体)，无可见的外来杂质。

3.2 技术指标

2-氯-5-氯甲基噻唑还应符合表 1 要求。

表1 2-氯-5-氯甲基嘧啶控制项目指标

项 目	指 标
2-氯-5-氯甲基嘧啶质量分数/%	≥ 98.0
水分/%	≤ 0.5
酸度(以 HCl 计) /%	≤ 0.3
2-氯丙烯基异硫氰酸酯质量分数 ^a /%	≤ 0.35
^a 正常生产时，2-氯丙烯基异硫氰酸酯每 3 个月至少测定一次。	

4 试验方法

安全提示：使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准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。

4.1 一般规定

本标准所用试剂和水，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。

4.2 抽样

按 GB/T 6678—2003、GB/T 6680—2003 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。

4.3 鉴别试验

高效液相色谱法——本鉴别试验可与2-氯-5-氯甲基嘧啶质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液中某色谱峰的保留时间与标样溶液中2-氯-5-氯甲基嘧啶色谱峰的保留时间，其相对差值应在1.5%以内。

4.4 2-氯-5-氯甲基嘧啶质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样用乙腈溶解，乙腈和水为流动相，使用以 C₁₈为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长 254 nm 下对试样中的 2-氯-5-氯甲基嘧啶进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

4.4.2 试剂和溶液

- 乙腈：色谱纯。
- 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。
- 2-氯-5-氯甲基嘧啶标样：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：Agilent:250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装 C₁₈、5μm 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： ψ [乙腈 : 水] = 60 : 40，经滤膜过滤，并进行脱气。

流量：1.0 mL/min。

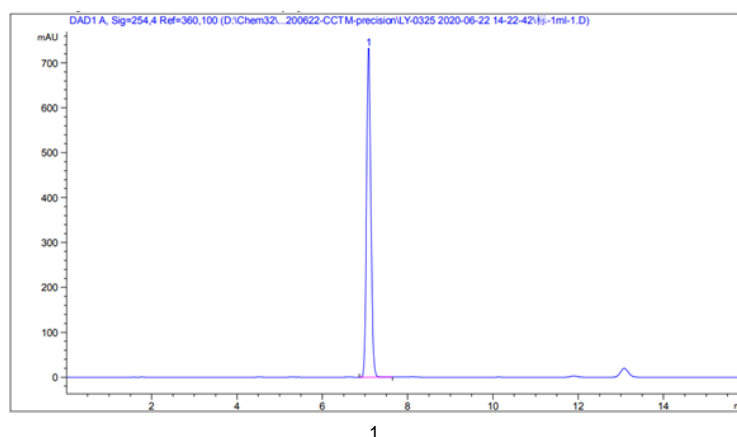
柱温：40 °C。

检测波长：254 nm。

进样体积：5 μL。

保留时间：2-氯-5-氯甲基嘧啶约 7 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 2-氯-5-氯甲基嘧啶高效液相色谱图见图 1。



说明：

1——2-氯-5-氯甲基嘧啶。

图 1 2-氯-5-氯甲基嘧啶的高效液相色谱图

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的制备

称取 2-氯-5-氯甲基嘧啶标样 0.05g(精确至 0.0001g)于 50ml 容量瓶中，加适量的乙腈溶解，在超声波槽里振荡 5min，恢复至室温后，用乙腈定容、摇匀，备用。

4.4.5.2 试样溶液的制备

称取含 2-氯-5-氯甲基嘧啶 0.05g(精确至 0.0001g)试样于 50ml 容量瓶中，加适量的乙腈溶解，在超声波槽里振荡 5min，恢复至室温后，用乙腈定容、摇匀，备用

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 2-氯-5-氯甲基噻唑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。

4.4.5.4 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 2-氯-5-氯甲基噻唑峰面积分别进行平均，试样中 2-氯-5-氯甲基噻唑质量分数按式（1）计算：

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

式中：

ω_1 ——试样中 2-氯-5-氯甲基噻唑的质量分数，以 % 表示；

A_2 ——试样溶液中 2-氯-5-氯甲基噻唑峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，单位为克（g）；

ω ——标样中 2-氯-5-氯甲基噻唑的质量分数，以 % 表示；

A_1 ——标样溶液中 2-氯-5-氯甲基噻唑峰面积的平均值；

m_2 ——试样的质量，单位为克（g）。

4.4.6 允许差

2-氯-5-氯甲基噻唑质量分数两次平行测定结果之差应不大于 1.5%，取其算术平均值作为测定结果。

4.5 2-氯丙烯基异硫氰酸酯质量分数的测定

4.5.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以甲醇、乙腈和水为流动相，使用以 C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长 245 nm 下对试样中的 2-氯丙烯基异硫氰酸酯进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

4.5.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

甲醇：色谱级；

水：新蒸二次蒸馏水；

2-氯丙烯基异硫氰酸酯标样：已知质量分数， $\omega \geq 95\%$

4.5.3 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：Agenlient:250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装 C_{18} 、5 μ m 填充物（或同等效果的色谱柱）。

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μ m。

微量进样器：50 μ L。

定量进样管：5 μ L。

超声波清洗器。

4.5.4 高效液相色谱操作条件

流动相： φ [甲醇：乙腈：水]= 10 : 40 : 50，经滤膜过滤，并进行脱气。

流量：1.0 mL/min。

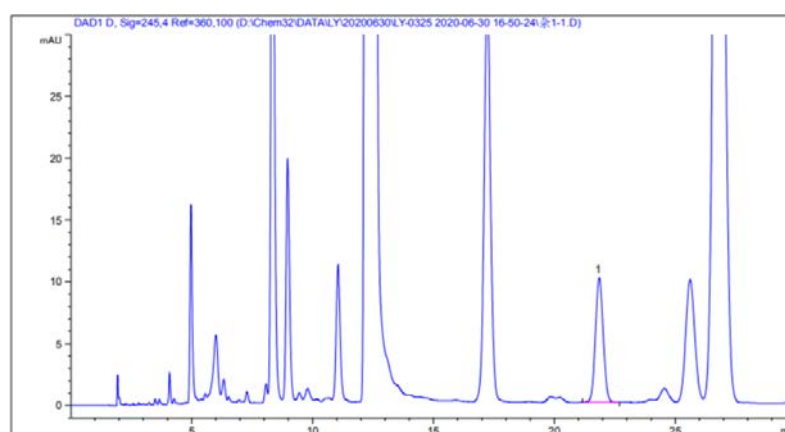
柱温：40 ℃。

检测波长：245 nm。

进样体积：5 μ L。

保留时间：2-氯丙烯基异硫氰酸酯约 21.8 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 2-氯丙烯基异硫氰酸酯高效液相色谱图见图 2。



说明：

2

2——2-氯丙烯基异硫氰酸酯。

图 2 2-氯丙烯基异硫氰酸酯的高效液相色谱图

4.5.5 测定步骤

4.5.5.1 标样溶液的制备

称取 2-氯丙烯基异硫氰酸酯标样 0.05g(精确至 0.0001g)于 50ml 容量瓶中，加适量的乙腈溶解，在超声波槽里振荡 5min，恢复至室温后，用乙腈定容、摇匀，备用。

4.5.5.2 试样溶液的制备

称取含 2-氯丙烯基异硫氰酸酯 0.05g(精确至 0.0001g)试样于 50ml 容量瓶中，加适量的乙腈溶解，在超声波槽里振荡 5min，恢复至室温后，用乙腈定容、摇匀，备用

4.5.5.3 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 2-氯-5-氯甲基噻唑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。

4.5.5.4 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 2-氯-5-氯甲基噻唑峰面积分别进行平均，试样中 2-氯丙烯基异硫氰酸酯质量分数按式（1）计算：

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

式中：

ω_1 ——试样中2-氯丙烯基异硫氰酸酯的质量分数，以%表示；

A_2 ——试样溶液中2-氯丙烯基异硫氰酸酯峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，单位为克（g）；

ω ——标样中2-氯丙烯基异硫氰酸酯的质量分数，以%表示；

A_1 ——标样溶液中2-氯丙烯基异硫氰酸酯峰面积的平均值；

m_2 ——试样的质量，单位为克（g）。

4.5.6 允许差

2-氯丙烯基异硫氰酸酯质量分数两次平行测定结果之差应不大于 1.5%，取其算术平均值作为测定结果。

4.6 水分的测定

按 GB/T 6283—2008 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法（通用方法）进行。

4.7 酸度值的测定

按 NY/T 1860.2—2016 进行。

5 验收和质量保证期

5.1 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

5.2 质量保证期

在规定的储运条件下，2-氯-5-氯甲基噻唑的质量保证期，从生产日期算起为 2 年。质量保证期内，各项指标均应符合标准要求。

6 标志、标签、包装、储运

6.1 标志、标签和包装

2-氯-5-氯甲基噻唑的标志、标签和包装，应符合 GB 3796 的规定。

2-氯-5-氯甲基噻唑应用内衬塑料袋的编织袋或纸板桶包装，每袋（桶）净含量 250 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。

6.2 储运

2-氯-5-氯甲基噻唑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)

2-氯-5-氯甲基噻唑的其他名称、结构式和基本物化参数

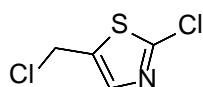
本产品有效成分 2-氯-5-氯甲基噻唑的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

ISO 通用名称: 2-Chloro-5-chloromethylthiazole

CAS 登录号: 105827-91-6

化学名称: 2-氯-5-氯甲基噻唑

结构式:



分子式: $C_4H_3Cl_2NS$

相对分子质量: 168.04

熔点: 30 °C

溶解性: 难溶于水, 溶于二氯甲烷、氯仿、四氯化碳等溶剂。

稳定性: 在规定贮存条件下中性介质中稳定; 在酸性介质或高温条件中降解成盐。