

团 体 标 准

T/CCPIA xxx-2022

环磺酮原药

Tembotrione technical material

(征求意见稿)

2022 - 00 - 00 发布

2022 - 00 - 00 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：XXX、XXX、XXX。

本文件主要起草人：XXX、XXX、XXX。

环磺酮原药

1 范围

本文件规定了环磺酮原药的技术要求、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。

本文件适用于环磺酮原药产品的质量控制。

注：环磺酮和相关杂质氢氰酸的其他名称、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 1600—2021 农药水分测定方法

GB/T 1601 农药 pH值的测定方法

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 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

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

类白色至米黄色粉末，无可见外来杂质。

4.2 技术指标

环磺酮原药应符合表1的要求。

表1 环磺酮原药控制项目指标

项 目	指 标
环磺酮质量分数/%	≥94.0
氢氰酸含量 ^a /(g/kg)	≤1.0

表1 环磺酮原药控制项目指标（续）

项 目	指 标
水分/%	≤0.5
丙酮不溶物 ^a /%	≤0.5
pH	2.5~5.5
^a 正常生产时，氢氰酸含量、丙酮不溶物每3个月至少测定一次。	

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规定执行，用随机数表法确定取样的包装件，最终取样量应不少于100 g。

5.3 鉴别试验

5.3.1 红外光谱法

环磺酮原药与环磺酮标样在4 000 cm⁻¹~400 cm⁻¹范围内的红外吸收光谱图应没有明显区别，环磺酮标样红外光谱图见图1。

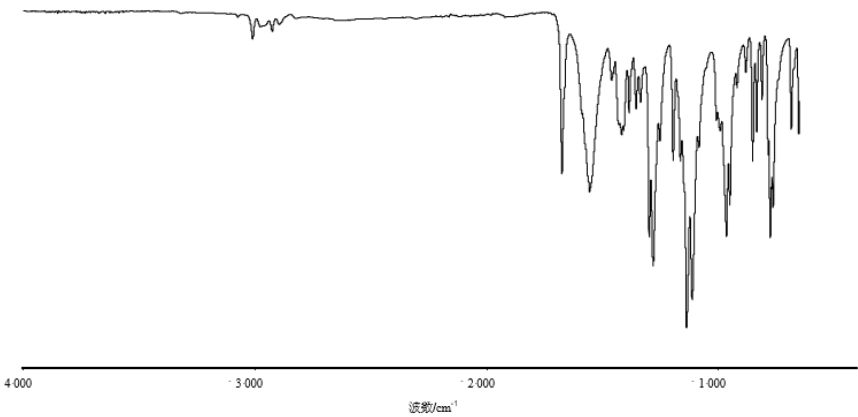


图1 环磺酮的标样红外光谱图

5.3.2 液相色谱法

本鉴别试验可与环磺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环磺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 环磺酮质量分数的测定

5.5.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以 C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长 284 nm 下对试样中的环磺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 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.5.2.3 磷酸。

5.5.2.4 磷酸溶液： ψ （磷酸：水）=1：1000。

5.5.2.5 环磺酮标样：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：250 mm×4.6 mm(i.d.) 不锈钢柱，内装 C_{18} 、5 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 定量进样管：5 μL 。

5.5.3.5 超声波清洗器。

5.5.4 高效液相色谱操作条件

5.5.4.1 流动相： ψ （乙腈：磷酸溶液）=60：40。

5.5.4.2 流速：1.0 mL/min。

5.5.4.3 柱温：30 $^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

5.5.4.4 检测波长：284 nm。

5.5.4.5 进样体积：5 μL 。

5.5.4.6 保留时间：环磺酮约 5.5 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。典型的环磺酮原药高效液相色谱图见图 2。

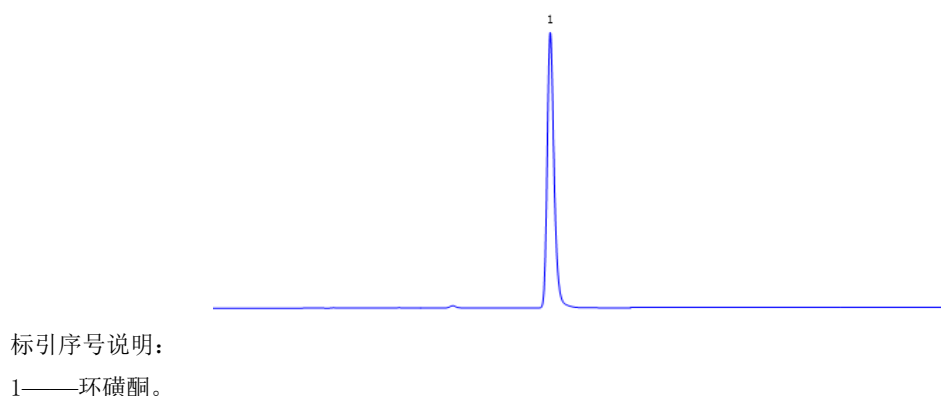


图2 环磷酮原药高效液相色谱图

5.5.5 测定步骤

5.5.5.1 标样溶液的制备

称取0.05 g（精确至0.000 1 g）环磷酮标样，置于100 mL容量瓶中，用乙腈溶解并稀释至刻度，摇匀。

5.5.5.2 试样溶液的制备

称取含0.05 g（精确至0.000 1 g）环磷酮的试样，置于100 mL容量瓶中，用乙腈溶解并稀释至刻度，摇匀。

5.5.5.3 测定

在上述色谱操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针环磷酮峰面积相对变化小于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的环磷酮峰面积分别进行平均，试样中环磷酮的质量分数按式（1）计算：

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

式中：

ω_1 ——试样中环磷酮的质量分数，以百分数（%）表示；

A_2 ——试样溶液中环磷酮峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量的数值，单位为克（g）；

ω ——标样中环磷酮的质量分数，以百分数（%）表示；

A_1 ——标样溶液中环磷酮峰面积的平均值；

m_2 ——试样的质量的数值，单位为克（g）。

5.5.7 允许差

环磷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 氢氰酸含量的测定

5.6.1 方法提要

试样用水溶解，以氢氧化钾溶液为淋洗液，使用阴离子分析柱和具有电导检测器的离子色谱仪，对试样中的氰根离子进行离子色谱分离，外标法定量。

5.6.2 试剂和溶液

5.6.2.1 氢氧化钾。

5.6.2.2 水：超纯水。

5.6.2.3 水中氰成分分析标准物质：已知氰根离子浓度，50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

5.6.3 仪器

5.6.3.1 离子色谱仪：具有电导检测器。

5.6.3.2 色谱柱：250 mm \times 4.0 mm (i.d.) IonPac AS23 阴离子分析柱。

5.6.3.3 过滤器：滤膜孔径约 0.22 μm 。

5.6.3.4 定量进样管：25 μL 。

5.6.3.5 超声波清洗器。

5.6.4 离子色谱操作条件

5.6.4.1 淋洗液：氢氧化钾溶液， $c=15\text{ mmol/L}$ 。

5.6.4.2 流速：1.0 mL/min。

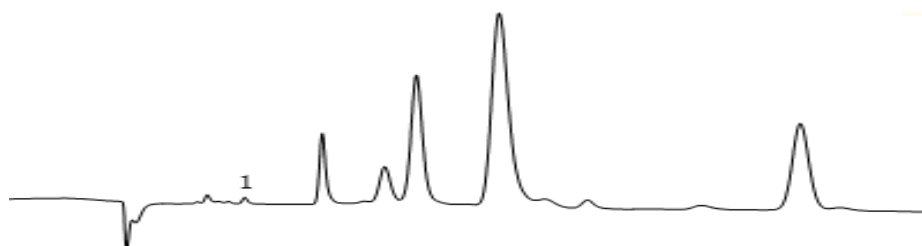
5.6.4.3 柱温：30 $^{\circ}\text{C}$ 。

5.6.4.4 电导池温度：35 $^{\circ}\text{C}$ 。

5.6.4.5 进样体积：25 μL 。

5.6.4.6 保留时间：氰根离子约 5.1 min。

5.6.4.7 上述离子色谱操作条件，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。典型的环磺酮原药离子色谱图（测定氰根离子）见图 3。



标引序号说明：

1——氰根离子。

图3 环磺酮原药离子色谱图（测定氰离子）

5.6.5 测定步骤

5.6.5.1 标样溶液的制备

用移液管移取10 mL水中氰成分分析标准物质，置于50 mL容量瓶中，用超纯水稀释至刻度，摇匀。

5.6.5.2 试样溶液的制备

称取0.5 g（精确至0.000 1 g）试样，置于250 mL具塞锥形瓶中，加入50 mL超纯水，超声波振荡15 min，冷却至室温，摇匀，过滤。

5.6.5.3 测定

在上述色谱操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针氰根离子峰面积相对变化小于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。

5.6.6 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氰根离子峰面积分别进行平均，试样中氢氰酸的含量按式（2）计算：

$$\omega_2 = \frac{C_0 \times V \times A_4}{A_3 \times m_3} \times \frac{M_1}{M_2} \times 10^{-3} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

ω_2 ——试样中氢氰酸的含量，单位为克每千克（g/kg）；

C_0 ——水中氰成分分析标准物质中氰根离子的浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V ——标样溶液中水中氰成分分析标准物质的移取体积，单位为毫升（mL）；

A_4 ——试样溶液中氰根离子峰面积的平均值；

A_3 ——标样溶液中氰根离子峰面积的平均值；

m_3 ——试样的质量的数值，单位为毫克（g）；

M_1 ——氢氰酸的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M_1=27.03$ ）；

M_2 ——氰根离子的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M_2=26.03$ ）；

10^{-3} ——换算系数。

5.6.7 允许差

氢氰酸含量两次平行测定结果相对差应不大于20%，取其算术平均值作为测定结果。

5.7 水分的测定

按 GB/T 1600—2021 中 4.2 规定执行。

5.8 丙酮不溶物的测定

按 GB/T 19138 规定执行。

5.9 pH 的测定

按 GB/T 1601 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章技术指标中除氢氰酸含量和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。

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 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，环磺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，各项指标均应符合本文件要求。

8 标志、标签、包装、储运

8.1 标志、标签和包装

环磺酮原药的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定；环磺酮原药应采用清洁、干燥、内衬塑料袋的复合袋或纸板桶包装，每袋或每桶净含量 20 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 3796 的规定。

8.2 储运

环磺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)

环磺酮、氢氰酸的其他名称、结构式和基本物化参数

A.1 环磺酮的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

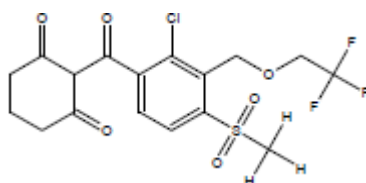
——ISO通用名称：Tembotrione；

——CAS登录号：[335104-84-2]；

——CIPAC数字代码：790；

——化学名称：2-[2-氯-4-甲磺酰基-3-[(2,2,2-三氟乙氧基)甲基]苯甲酰基]-1,3-环己二酮；

——结构式：



——分子式：C₁₇H₁₆ClF₃O₆S；

——相对分子质量：440.8；

——生物活性：除草；

——熔点：123 ℃；

——蒸气压 (20 ℃)：1.1×10⁻⁸ Pa；

——溶解度 (g/L, 20 ℃)：水 0.22 (pH 4)、28.30 (pH 7)、29.69 (pH 9)，乙醇 8.2、甲苯 75.7、乙酸乙酯 180.2、丙酮 300~600、二氯甲烷>600、二甲基亚砜>600、正己烷 4.76×10⁻²；

——稳定性：室温下稳定。

A.2 氢氰酸的其他名称和基本物化参数如下：

——英文名称：Hydrogen cyanide；

——CAS登录号：[74-90-8]；

——分子式：HCN；

——相对分子质量：27.03；

——熔点：-13.2 ℃。