

团 体 标 准

T/CCPIA XXX—2024

农药中间体 3-甲基-2-硝基苯甲酸

Pesticide intermediate—3-Methyl-2-nitrobenzoic acid

（征求意见稿）

2024-XX-XX 发布

2024-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》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：XXX、XXX、XXX。

本文件主要起草人：XXX、XXX、XXX。

CCPIA 团体标准征求意见稿

农药中间体 3-甲基-2-硝基苯甲酸

1 范围

本文件规定了3-甲基-2-硝基苯甲酸的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、储运，描述了3-甲基-2-硝基苯甲酸的试验方法。
本文件适用于3-甲基-2-硝基苯甲酸产品的质量控制。
注：3-甲基-2-硝基苯甲酸、3-甲基-4-硝基苯甲酸、5-甲基-2-硝基苯甲酸的其他名称、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 1604—1995 商品农药验收规则
GB/T 6678—2003 化工产品采样总则
GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定
GB 3796—2018 农包装通则

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
白色至类白色结晶或粉末。

4.2 技术指标
3-甲基-2-硝基苯甲酸应符合表1要求。

表1 3-甲基-2-硝基苯甲酸技术指标

项 目	指 标
3-甲基-2-硝基苯甲酸质量分数/%	≥98.5
3-甲基-4-硝基苯甲酸质量分数/%	≤1.0
5-甲基-2-硝基苯甲酸质量分数/%	≤0.5
水分/%	≤0.5

5 试验方法

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 6678—2003 中7.6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

高效液相色谱法——本鉴别试验可与3-甲基-2-硝基苯甲酸质量分数的测定同时进行，在相同的色谱操作条件下，试样溶液中某一色谱峰的保留时间与标样溶液中3-甲基-2-硝基苯甲酸色谱峰的保留时间，其相对差应在1.5%以内。

5.4 外观

采用目测法测定。

5.5 3-甲基-2-硝基苯甲酸及其杂质（3-甲基-4-硝基苯甲酸、5-甲基-2-硝基苯甲酸）质量分数

5.5.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以乙腈+磷酸水溶液为流动相，使用以 C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长230 nm下，对试样中的3-甲基-2-硝基苯甲酸及其杂质（5-甲基-2-硝基苯甲酸、3-甲基-4-硝基苯甲酸）进行高效液相色谱分离，有效成分采用外标法定量，杂质采用面积归一法定量。

5.5.2 试剂和溶液

5.5.2.1 甲醇：色谱级。

5.5.2.2 乙腈：色谱级。

5.5.2.3 磷酸。

5.5.2.4 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水

5.5.2.5 3-甲基-2-硝基苯甲酸标样：已知质量分数， $w \geq 98.0\%$

5.5.2.6 5-甲基-2-硝基苯甲酸标样：已知质量分数， $w \geq 98.0\%$

5.5.2.7 3-甲基-4-硝基苯甲酸标样：已知质量分数， $w \geq 98.0\%$

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 超声波清洗器。

5.5.3.4 过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm 。

5.5.4 高效液相色谱操作条件

5.5.4.1 流动相： Ψ （乙腈：0.1%磷酸水溶液）=30:70。

5.5.4.2 流速：1.0 mL/min。

- 5.5.4.3 柱温：25 ℃（温度变化应不大于 2 ℃）。
- 5.5.4.4 检测波长：230 nm。
- 5.5.4.5 进样体积：10 μL。
- 5.5.4.6 保留时间：5-甲基-2-硝基苯甲酸约 13.8 min；3-甲基-2-硝基苯甲酸约 17.3 min；3-甲基-4-硝基苯甲酸约 21.7 min。
- 5.5.4.7 5.5.4.1~5.5.4.6 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 3-甲基-2-硝基苯甲酸试样的高效液相色谱图见图 1。

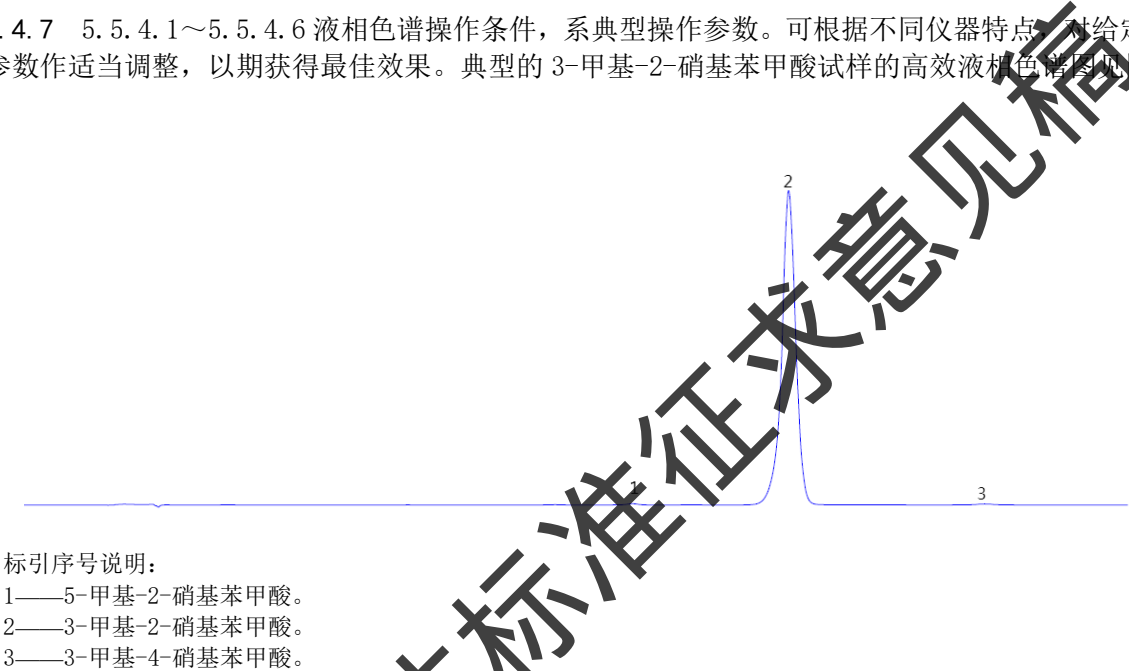


图1 3-甲基-2-硝基苯甲酸试样高效液相色谱图

5.5.5 测定步骤

5.5.5.1 标样溶液的制备

准确称取0.05 g（精确至0.0001 g）3-甲基-2-硝基苯甲酸标样，置于50 mL容量瓶中，加入约30 mL 甲醇，超声振荡5 min，冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀。

5.5.5.2 试样溶液的制备

准确称取0.05 g（精确至0.0001 g）3-甲基-2-硝基苯甲酸试样，置于50 mL容量瓶中，加入约30 mL 甲醇，超声振荡5 min，冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.5.5.3 测定

在5.5.4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-2-硝基苯甲酸面积相对变化小于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

5.5.6.1 有效成分（3-甲基-2-硝基苯甲酸）质量分数计算

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中3-甲基-2-硝基苯甲酸的峰面积分别进行平均，试样中3-甲基-2-硝基苯甲酸质量分数按公式（1）计算：

$$w_0 = \frac{A_2 \times m_1 \times w}{A_1 \times m_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

w_0 ——试样中 3-甲基-2-硝基苯甲酸的质量分数，%；
 A_1 ——标样溶液中 3-甲基-2-硝基苯甲酸峰面积的平均值；
 A_2 ——试样溶液中 3-甲基-2-硝基苯甲酸峰面积的平均值；
 m_1 ——标样的质量的数值，单位为克（g）；
 m_2 ——试样的质量的数值，单位为克（g）；
 w ——标样中 3-甲基-2-硝基苯甲酸的质量分数，%。

5.5.6.2 杂质（3-甲基-4-硝基苯甲酸、5-甲基-2-硝基苯甲酸）质量分数计算

以面积百分数表示试样中的杂质质量分数，按公式（2）计算：

$$w_i = \frac{A_i G_i}{\sum_{i=1}^n A_i G_i} \times 100 \dots \dots \dots (2)$$

式中：

w_i ——试样中杂质的质量分数，%；
 A_i ——试样溶液中各组分峰面积；
 G_i ——校正系数。3-甲基-2-硝基苯甲酸的校正系数为 1.0；3-甲基-4-硝基苯甲酸的校正系数为 1.4；
 5-甲基-2-硝基苯甲酸的校正系数为 1.2。

5.5.7 允许差

3-甲基-2-硝基苯甲酸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 水分的测定

按 GB/T 1600—2021 中 4.2 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章中外观、3-甲基-2-硝基苯甲酸质量分数、3-甲基-4-硝基苯甲酸质量分数、5-甲基-2-硝基苯甲酸质量分数、水分。

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。

- 原料有较大改变，可能影响产品质量时。
- 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。
- 停产后又恢复生产时。
- 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，3-甲基-2-硝基苯甲酸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

3-甲基-2-硝基苯甲酸的标志、标签和包装应符合GB 3796的规定。

3-甲基-2-硝基苯甲酸采用内衬为薄膜编织袋或牛皮袋包装。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

3-甲基-2-硝基苯甲酸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。

CCPIA 团体标准征求意见稿

附录 A
(资料性)

3-甲基-2-硝基苯甲酸及其杂质的其他名称、结构式和基本物化参数

A.1 3-甲基-2-硝基苯甲酸

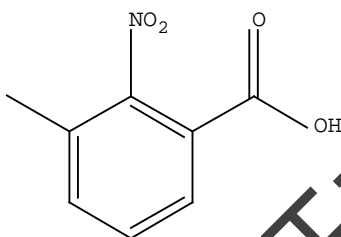
3-甲基-2-硝基苯甲酸的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——ISO通用名称：3-Methyl-2-nitrobenzoic acid；

——CAS登录号：5437-38-7；

——化学名称：3-甲基-2-硝基苯甲酸；

——结构式：



——分子式： $C_8H_7NO_4$ ；

——相对分子质量：181.14；

——熔点：220~223 °C

——水中溶解度（22 °C）：<1 g/L；

——稳定性：常温常压下稳定。

A.2 3-甲基-4-硝基苯甲酸

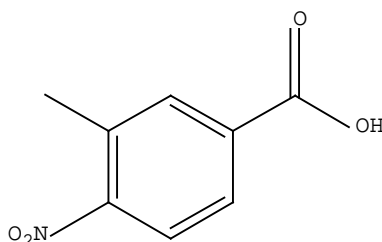
3-甲基-4-硝基苯甲酸的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——ISO通用名称：3-Methyl-4-nitrobenzoic acid；

——CAS登录号：3113-71-1；

——化学名称：3-甲基-4-硝基苯甲酸；

——结构式：



——分子式： $C_8H_7NO_4$ ；

——相对分子质量：181.14；

——熔点：216~218 °C

——水中溶解度（22 °C）：<1 g/L。

A.3 5-甲基-2-硝基苯甲酸

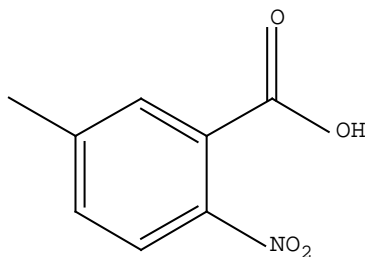
5-甲基-2-硝基苯甲酸的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——ISO通用名称：5-Methyl-2-nitrobenzoic acid；

——CAS登录号：3113-72-2；

——化学名称：5-甲基-2-硝基苯甲酸；

——结构式：



——分子式：C₈H₇NO₄；

——相对分子质量：181.14；

——熔点：216~218 °C

——水中溶解度（20 °C）：4.7 g/L。

CCPIA 团体标准征求意见稿