



中华人民共和国国家标准

GB/T 22614—2023

代替 GB/T 22614—2008, GB/T 22615—2008

烯 草 酮

Clethodim

2023-09-07 发布

2024-04-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 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。

本文件代替 GB/T 22614—2008《烯草酮原药》和 GB/T 22615—2008《烯草酮乳油》，与 GB/T 22614—2008 和 GB/T 22615—2008 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 更改了烯草酮原药中烯草酮质量分数指标(见 4.2, GB/T 22614—2008 的 3.2)；
- 删除了烯草酮原药中丙酮不溶物项目和指标(见 4.2, GB/T 22614—2008 的 3.2)；
- 更改了烯草酮原药中 pH 值指标(见 4.2, GB/T 22614—2008 的 3.2)；
- 增加了烯草酮母药技术指标(见 4.2)；
- 增加了烯草酮乳油中 30% 和 35% 两种规格(见 4.2)；
- 更改了烯草酮乳油中水分指标(见 4.2, GB/T 22615—2008 的 3.2)；
- 增加了烯草酮乳油中持久起泡性项目和指标(见 4.2)；
- 更改了烯草酮质量分数测定的正相高效液相色谱法(仲裁法)(见 5.5.1, GB/T 22614—2008 和 GB/T 22615—2008 的 4.3)；
- 更改了烯草酮质量分数测定的反相高效液相色谱法(见 5.5.2, GB/T 22614—2008 和 GB/T 22615—2008 的附录 A)；
- 删除了烯草酮原药中丙酮不溶物测定方法(见 GB/T 22614—2008 的 4.6)；
- 删除了烯草酮原药的验收期(见 GB/T 22614—2008 的 5.7)；
- 增加了检验规则(见第 6 章)；
- 增加了烯草酮原药的质量保证期(见 7.2)。

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。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国农药标准化技术委员会(SAC/TC 133)归口。

本文件起草单位：河北兰升生物科技有限公司、宁夏汉润生物科技有限公司、首建科技有限公司、江苏长青农化股份有限公司、山东滨农科技有限公司、山西绿海农药科技有限公司、武威联硕生物科技有限公司、沈阳科创化学品有限公司、山东潍坊润丰化工股份有限公司、辽宁先达农业科学有限公司、江苏七洲绿色化工股份有限公司、沈阳沈化院测试技术有限公司。

本文件主要起草人：梅宝贵、董志鹏、李志清、陈树辉、樊丽莉、刘莹、郭庆春、孟令涛、姜欣、杨广山、汪国庆、田茂英、李凯、胡春红、许峰、张红。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 2008 年首次发布为 GB/T 22614—2008 和 GB/T 22615—2008；
- 本次为第一次修订。

烯 草 酮

1 范围

本文件规定了烯草酮原药、母药、乳油的技术要求、检验规则、验收和质量保证期以及标志、标签、包装和储运,描述了烯草酮原药、母药、乳油的试验方法。

本文件适用于烯草酮原药、母药、乳油产品的质量控制。

注:烯草酮的其他名称、结构式和基本物化参数见附录 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 1603 农药乳液稳定性测定方法
- 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 4838 农药乳油包装
- GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 19136—2021 农药热储稳定性测定方法
- GB/T 19137—2003 农药低温稳定性测定方法
- GB/T 28137 农药持久起泡性测定方法
- GB/T 32776—2016 农药密度测定方法

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

烯草酮原药为淡黄色至琥珀色液体;烯草酮母药和乳油为均相液体,无明显的悬浮物和沉淀。

4.2 技术指标

烯草酮原药、母药、乳油应分别符合表 1、表 2、表 3 的要求。

表 1 烯草酮原药技术指标

项 目	指 标
烯草酮质量分数/%	≥ 90.0
水分(质量分数)/%	≤ 0.3
pH 值	4.0~6.0

表 2 烯草酮母药技术指标

项 目	指 标	
	37%规格	70%规格
烯草酮质量分数/%	$37.0^{+1.8}_{-1.8}$	$70.0^{+2.5}_{-2.5}$
水分(质量分数)/%	≤ 0.5	
pH 值	4.0~7.0	

表 3 烯草酮乳油技术指标

项 目	指 标				
	120 g/L 规格	240 g/L 规格	24%规格	30%规格	35%规格
烯草酮质量分数/%	13.0 ^{+1.4} _{-0.7}	25.0 ^{+3.0} _{-1.5}	24.0 ^{+2.8} _{-1.4}	30.0 ^{+3.0} _{-1.5}	35.0 ^{+3.4} _{-1.7}
烯草酮质量浓度 ^a (20℃)/(g/L)	120 ⁺¹⁴ ₋₇	240 ⁺²⁸ ₋₁₄	230 ⁺²⁶ ₋₁₃	290 ⁺²⁸ ₋₁₄	360 ⁺³⁶ ₋₁₈
水分(质量分数)/%	≤0.8				
pH 值	4.0~7.0				
乳液稳定性(稀释 200 倍)	上无浮油、下无沉淀				
持久起泡性(1 min 后泡沫量)/mL	≤60				
低温稳定性 ^b	离析物的体积不超过 0.3 mL				
热储稳定性 ^b	热储后,烯草酮质量分数应不低于热储前测得质量分数的 90%,pH 值、乳液稳定性仍应符合本文件要求				
^a 当质量发生争议时以烯草酮质量分数测定结果为仲裁。					
^b 正常生产时,低温稳定性和热储稳定性每 3 个月至少测定一次。					

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

烯草酮原药按 GB/T 1605—2001 中 5.3.1 进行,烯草酮母药和乳油按 GB/T 1605—2001 中 5.3.2 进行。用随机数表法确定取样的包装件数。最终取样量,烯草酮原药和母药应不少于 100 g,烯草酮乳油应不少于 200 mL。

5.3 鉴别试验

5.3.1 红外光谱法

试样与烯草酮锂盐标样在 $4\,000\text{ cm}^{-1}\sim 400\text{ cm}^{-1}$ 范围的红外吸收光谱图应没有明显区别。烯草酮锂盐标样红外光谱图见图 1。

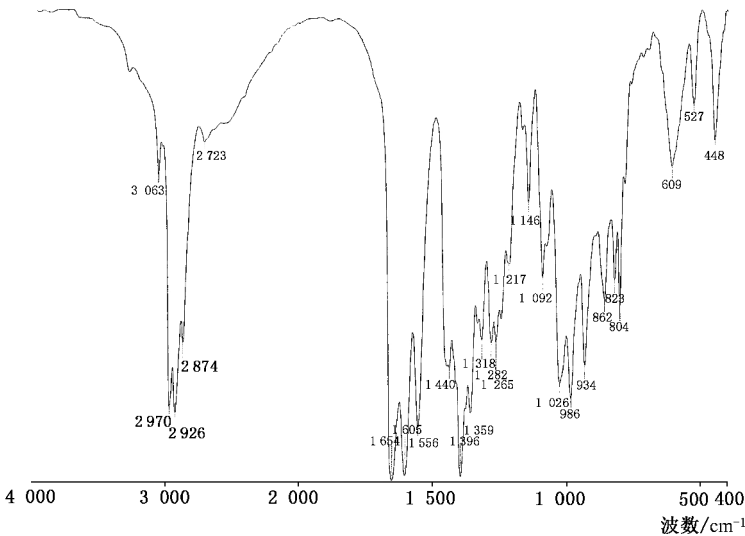


图 1 烯草酮锂盐标样的红外光谱图

5.3.2 正相高效液相色谱法

本鉴别试验可与烯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保留时间与标样溶液中烯草酮保留时间的相对差值应不大于 1.5%。

5.3.3 反相高效液相色谱法

本鉴别试验可与烯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保留时间与标样溶液中烯草酮 A 保留时间的相对差值应不大于 1.5%。

5.4 外观

采用目测法测定。

5.5 烯草酮质量分数

5.5.1 正相高效液相色谱法(仲裁法)

5.5.1.1 方法提要

试样用流动相溶解,以正己烷+二氯甲烷+冰乙酸为流动相,使用硅胶为填料的不锈钢柱和紫外检测器,在波长 254 nm 下对试样中的烯草酮进行正相高效液相色谱法分离,外标法定量。

5.5.1.2 试剂和溶液

5.5.1.2.1 二氯甲烷:色谱纯。

5.5.1.2.2 正己烷:色谱纯。

5.5.1.2.3 冰乙酸。

5.5.1.2.4 烯草酮锂盐标样:已知烯草酮锂盐质量分数 $\geq 97.0\%$ 。

5.5.1.3 仪器

5.5.1.3.1 高效液相色谱仪:具有可变波长紫外检测器。

5.5.1.3.2 色谱柱:250 mm $\times$ 4.6 mm (内径)不锈钢柱,内装硅胶、5 μ m 填充物(或具有同等效果的色谱柱)。

5.5.1.3.3 过滤器:滤膜孔径约 0.45 μ m。

5.5.1.3.4 超声波清洗器。

5.5.1.4 液相色谱操作条件

5.5.1.4.1 流动相: φ (正己烷:二氯甲烷:冰乙酸)=59:39:2。

5.5.1.4.2 流速:1.5 mL/min。

5.5.1.4.3 柱温:室温(温度变化应不大于 2 $^{\circ}$ C)。

5.5.1.4.4 进样体积:5 μ L。

5.5.1.4.5 检测波长:254 nm。

5.5.1.4.6 保留时间:烯草酮的保留时间约 12.8 min。

5.5.1.4.7 上述操作参数是典型的。可根据不同仪器的特点,对给定的操作参数做适当调整,以期获得最佳效果。典型的烯草酮原药、母药、乳油的正相高效液相色谱图分别见图 2、图 3、图 4。



图 2 烯草酮原药的正相高效液相色谱图

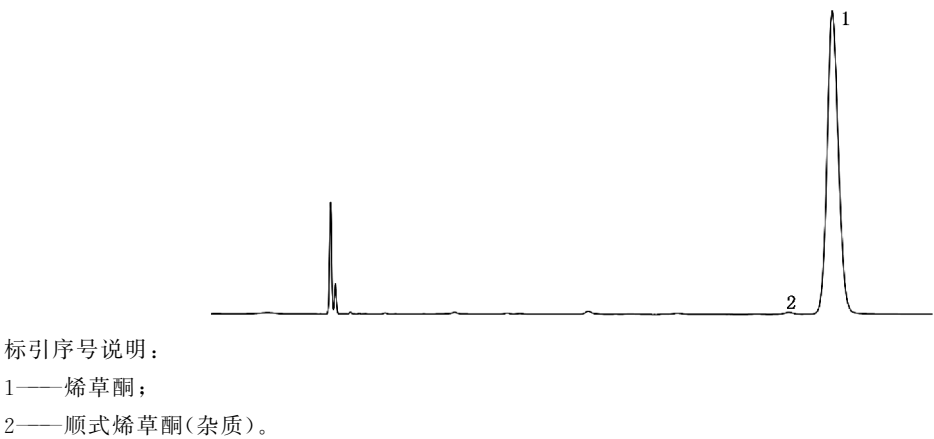


图 3 烯草酮母药的正相高效液相色谱图

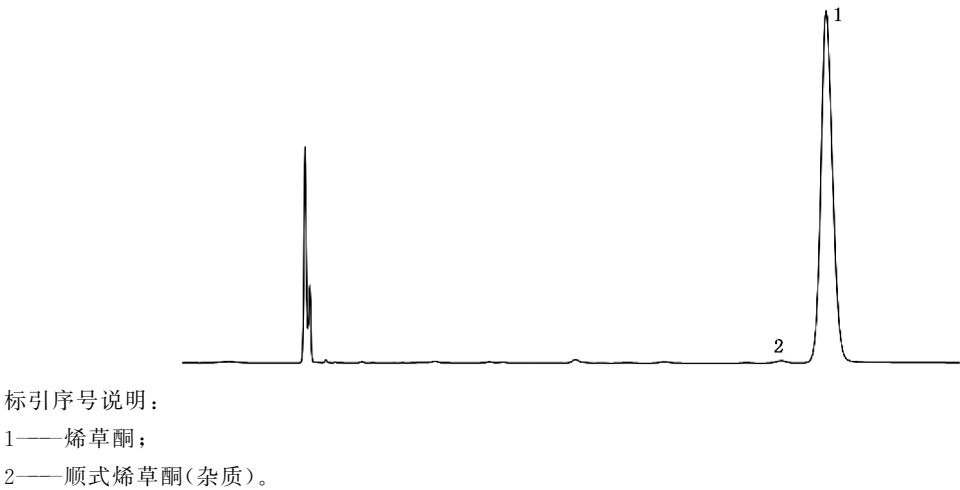


图 4 烯草酮乳油的正相高效液相色谱图

5.5.1.5 测定步骤

5.5.1.5.1 标样溶液的制备

称取 0.05 g(精确至 0.000 1 g) 烯草酮锂盐标样,置于 50 mL 容量瓶中,加入 0.6 mL 冰乙酸和少量流动相,振摇使之溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀。

5.5.1.5.2 试样溶液的制备

称取含烯草酮 0.05 g(精确至 0.000 1 g)的试样,置于 50 mL 容量瓶中,加入少量流动相,振摇,用流动相稀释至刻度,摇匀。

5.5.1.6 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,直至相邻两针烯草酮的峰面积相对变化小于 1.5%后,再按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行分析测定。

5.5.1.7 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烯草酮的峰面积分别进行平均。试样中烯草

酮的质量分数按公式(1)计算,烯草酮的质量浓度按公式(2)计算:

$$w_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times w}{A_1 \times m_2} \times \frac{359.90}{365.84} \dots\dots\dots (1)$$

$$\rho_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times w \times \rho \times 10}{A_1 \times m_2} \times \frac{359.90}{365.84} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- w_1 ——试样中烯草酮的质量分数,以百分数(%)表示;
- A_2 ——试样溶液中,烯草酮峰面积的平均值;
- m_1 ——标样的质量的数值,单位为克(g);
- w ——标样中烯草酮的质量分数,以百分数(%)表示;
- A_1 ——标样溶液中,烯草酮峰面积的平均值;
- m_2 ——试样的质量的数值,单位为克(g);
- 359.90——烯草酮的相对分子质量;
- 365.84——烯草酮锂盐的相对分子质量;
- ρ_1 ——20℃时试样中烯草酮质量浓度的数值,单位为克每升(g/L);
- ρ ——20℃时试样的密度的数值,单位为克每毫升(g/mL)(按 GB/T 32776—2016 中 3.1 或 3.2 进行测定)。

5.5.1.8 允许差

烯草酮质量分数两次平行测定结果之差,烯草酮原药应不大于 1.2%;37%烯草酮母药应不大于 0.7%;70%烯草酮母药应不大于 1.0%;120 g/L 烯草酮乳油应不大于 0.4%;240 g/L 和 24%烯草酮乳油应不大于 0.5%;30%烯草酮乳油应不大于 0.6%;35%烯草酮乳油应不大于 0.7%。烯草酮质量浓度两次平行测定结果之差,120 g/L 烯草酮乳油应不大于 4 g/L;240 g/L 烯草酮乳油应不大于 5 g/L。分别取其算术平均值作为测定结果。

5.5.2 反相高效液相色谱法

5.5.2.1 方法提要

试样用丙酮石油醚溶液溶解,以乙腈+水+磷酸为流动相,使用 C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器,在波长 254 nm 下对试样中的烯草酮进行反相高效液相色谱法分离,外标法定量。

5.5.2.2 试剂和溶液

- 5.5.2.2.1 乙腈:色谱纯。
- 5.5.2.2.2 磷酸。
- 5.5.2.2.3 冰乙酸。
- 5.5.2.2.4 丙酮。
- 5.5.2.2.5 石油醚。
- 5.5.2.2.6 水:新蒸二次蒸馏水或超纯水。
- 5.5.2.2.7 磷酸水溶液:水用磷酸调节,pH 值为 3。
- 5.5.2.2.8 丙酮石油醚溶液: φ (丙酮:石油醚)=1:1。
- 5.5.2.2.9 烯草酮锂盐标样:已知烯草酮锂盐质量分数 $\geq 97.0\%$ 。

5.5.2.3 仪器

- 5.5.2.3.1 高效液相色谱仪:具有可变波长紫外检测器。

- 5.5.2.3.2 色谱柱:150 mm×4.6 mm (内径)不锈钢柱,内装 C₁₈、5 μm 填充物(或具有同等效果的色谱柱)。
- 5.5.2.3.3 过滤器:滤膜孔径约 0.45 μm。
- 5.5.2.3.4 超声波清洗器。

5.5.2.4 液相色谱操作条件

- 5.5.2.4.1 流动相: φ (乙腈:磷酸水溶液)=60:40。
- 5.5.2.4.2 流速:1.5 mL/min。
- 5.5.2.4.3 柱温:室温(温度变化应不大于 2 ℃)。
- 5.5.2.4.4 进样体积:5 μL。
- 5.5.2.4.5 检测波长:254 nm。
- 5.5.2.4.6 保留时间:烯草酮 A 的保留时间约 10.4 min,烯草酮 B 的保留时间约 2.6 min。
- 5.5.2.4.7 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。典型的烯草酮原药、母药、乳油的反相高效液相色谱图分别见图 5、图 6、图 7。

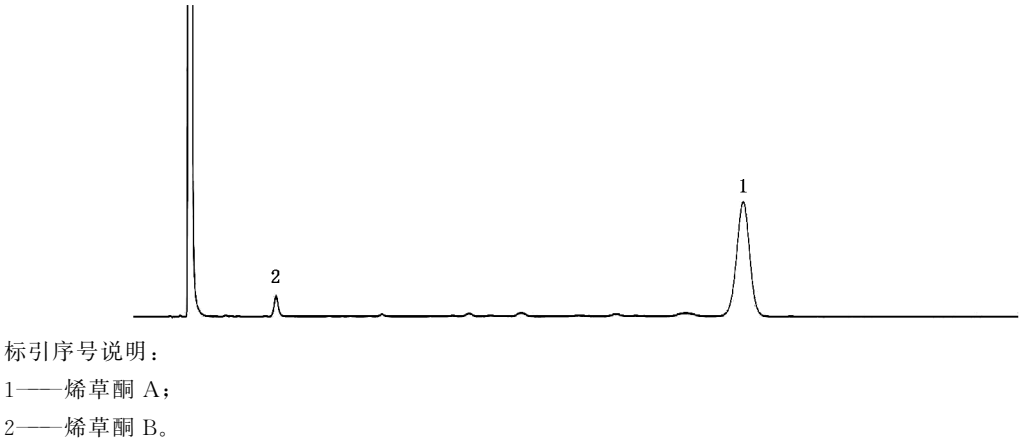


图 5 烯草酮原药的反相高效液相色谱图

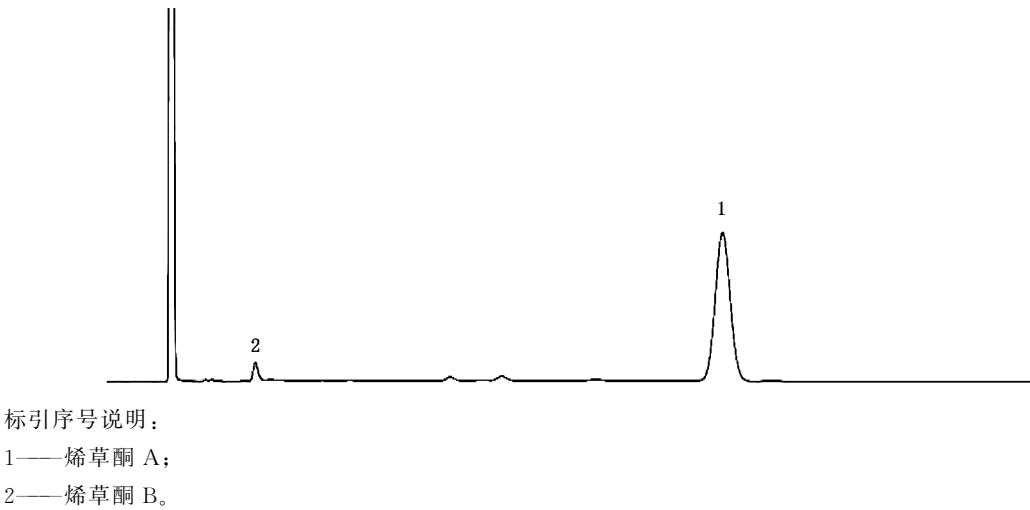


图 6 烯草酮母药的反相高效液相色谱图

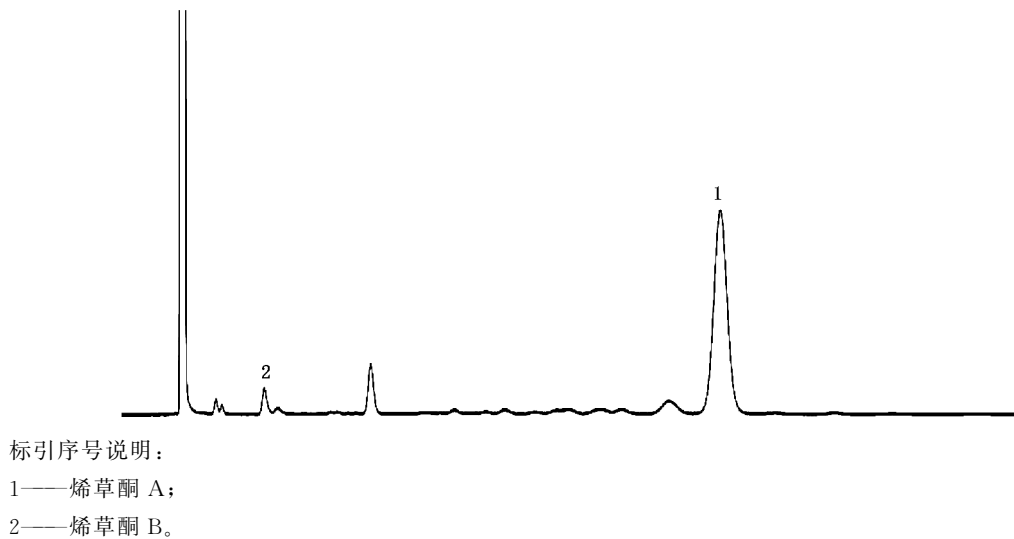


图 7 烯草酮乳油的反相高效液相色谱图

5.5.2.5 测定步骤

5.5.2.5.1 标样溶液的制备

称取 0.05 g(精确至 0.000 1 g) 烯草酮锂盐标样,置于 50 mL 容量瓶中,加入 0.6 mL 冰乙酸和少量丙酮石油醚溶液,超声振荡 2 min,用丙酮石油醚溶液稀释至刻度,摇匀。

5.5.2.5.2 试样溶液的制备

称取含烯草酮 0.05 g(精确至 0.000 1 g)的试样,置于 50 mL 容量瓶中,加入少量丙酮石油醚溶液,振摇,用丙酮石油醚溶液稀释至刻度,摇匀。

5.5.2.6 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,直至相邻两针烯草酮 A 与烯草酮 B 的峰面积和的相对变化小于 1.5% 后,再按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行分析测定。

5.5.2.7 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烯草酮 A 与烯草酮 B 的峰面积和分别进行平均。试样中烯草酮的质量分数按公式(3)计算,烯草酮的质量浓度按公式(4)计算:

$$w_1 = \frac{A_4 \times m_3 \times w}{A_3 \times m_4} \times \frac{359.90}{365.84} \quad \dots\dots\dots (3)$$

$$\rho_1 = \frac{A_4 \times m_3 \times w \times \rho \times 10}{A_3 \times m_4} \times \frac{359.90}{365.84} \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- w_1 —— 试样中烯草酮的质量分数,以百分数(%)表示;
- A_4 —— 试样溶液中,烯草酮 A 与烯草酮 B 峰面积和的平均值;
- m_3 —— 标样的质量的数值,单位为克(g);
- w —— 标样中烯草酮的质量分数,以百分数(%)表示;
- A_3 —— 标样溶液中,烯草酮 A 与烯草酮 B 峰面积和的平均值;

- m_4 ——试样的质量的数值,单位为克(g);
359.90——烯草酮的相对分子质量;
365.84——烯草酮锂盐的相对分子质量;
 ρ_1 ——20℃时试样中烯草酮质量浓度的数值,单位为克每升(g/L);
 ρ ——20℃时试样的密度的数值,单位为克每毫升(g/mL)(按 GB/T 32776—2016 中 3.1 或 3.2 进行测定)。

5.5.2.8 允许差

烯草酮质量分数两次平行测定结果之差,烯草酮原药应不大于 1.2%;37%烯草酮母药应不大于 0.7%;70%烯草酮母药应不大于 1.0%;120 g/L 烯草酮乳油应不大于 0.4%;240 g/L 和 24%烯草酮乳油应不大于 0.5%;30%烯草酮乳油应不大于 0.6%;35%烯草酮乳油应不大于 0.7%。烯草酮质量浓度两次平行测定结果之差,120 g/L 烯草酮乳油应不大于 4 g/L;240 g/L 烯草酮乳油应不大于 5 g/L。分别取其算术平均值作为测定结果。

5.6 水分

按 GB/T 1600—2021 中 4.2 进行。

5.7 pH 值

按 GB/T 1601 进行。

5.8 乳液稳定性

按 GB/T 1603 进行。

5.9 持久起泡性

按 GB/T 28137 进行。

5.10 低温稳定性试验

按 GB/T 19137—2003 中 2.1 进行。

5.11 热储稳定性试验

按 GB/T 19136—2021 中 4.4.1 进行,热储条件为 35℃±2℃,12 周。热储前后质量变化应不大于 1.0%。

6 检验规则

6.1 出厂检验

每批产品均应进行出厂检验,经检验合格签发合格证后,方可出厂。出厂检验项目为第 4 章技术指标中除烯草酮乳油项目中低温稳定性和热储稳定性以外的所有项目。

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) 国家质量监管部门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 章的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 章的要求则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,从生产日期算起烯草酮原药质量保证期为 6 个月;烯草酮母药质量保证期为 1 年;烯草酮乳油质量保证期为 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、包装和储运

8.1 标志、标签和包装

烯草酮原药、母药的标志、标签和包装应符合 GB 3796 的规定,烯草酮乳油的标志、标签和包装应符合 GB 4838 的规定。

烯草酮原药和母药的包装应采用清洁干燥的塑料桶包装。烯草酮乳油的包装应采用清洁、干燥的聚酯瓶包装,外用瓦楞纸箱包装。也可根据用户要求或订货协议采用其他形式的包装,但应分别符合 GB 3796 和 GB 4838 的规定。

8.2 储运

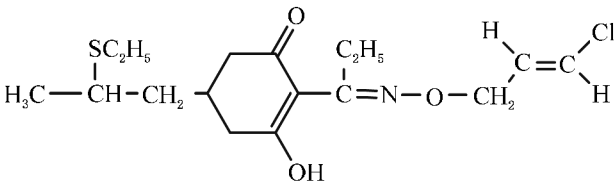
烯草酮包装件应储存在通风、干燥的库房中。储运时,应严防潮湿和日晒,不应与食物、种子和饲料混放,应避免与皮肤、眼睛接触,并防止由口鼻吸入。

附 录 A
(资料性)

烯草酮的其他名称、结构式和基本物化参数

烯草酮的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

- ISO 通用名称: Clethodim;
- CAS 登录号: 99129-21-2;
- 化学名称: (5*RS*)-2-[(1*EZ*)-1-[(2*E*)-3-氯烯丙氧基亚氨基]丙基]-5-[(2*RS*-2-(乙硫基)丙基)-3-羟基环己-2-烯-1-酮];
- 结构式:



- 分子式: $C_{17}H_{26}ClNO_3S$;
 - 相对分子质量: 359.9;
 - 生物活性: 除草;
 - 沸点: 沸腾前分解;
 - 蒸气压(20 °C): 小于 1×10^{-2} mPa;
 - 溶解性: 不溶于水, 溶于大多数有机溶剂;
 - 稳定性: 在紫外线、强酸、强碱条件下不稳定; 热稳定性差。
-