



中华人民共和国国家标准

GB/T 43272—2023

唑草酮原药

Carfentrazone-ethyl technical material

2023-11-27 发布

2024-06-01 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。

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：江苏瑞邦农化股份有限公司、江苏联化科技有限公司、沈阳沈化院测试技术有限公司、合肥星宇化学有限责任公司、沈阳沈化院测试技术(南通)有限公司。

本文件主要起草人：刘莹、徐成辰、叶朝辉、王奕丹、尹秀娥、赵国霞、步康明。

唑草酮原药

1 范围

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

本文件适用于唑草酮原药产品的质量控制。

注：唑草酮的其他名称、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 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
- GB/T 28135—2011 农药酸(碱)度测定方法 指示剂法

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

无色至橙黄色黏稠液体。

4.2 技术指标

唑草酮原药应符合表 1 的要求。

表 1 唑草酮原药技术指标

项目	指标
唑草酮质量分数/%	≥90.0
水分/%	≤0.5
丙酮不溶物/%	≤0.2

表 1 唑草酮原药技术指标（续）

项目	指标
酸度(以 H ₂ SO ₄ 计)/%	≤0.2
或碱度(以 NaOH 计)/%	≤0.2

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 1605—2001 中 5.3.1 的规定进行,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

唑草酮原药与唑草酮标样在 4 000 cm⁻¹~400 cm⁻¹范围的红外吸收光谱图应没有明显区别。唑草酮标样的红外光谱图见图 1。

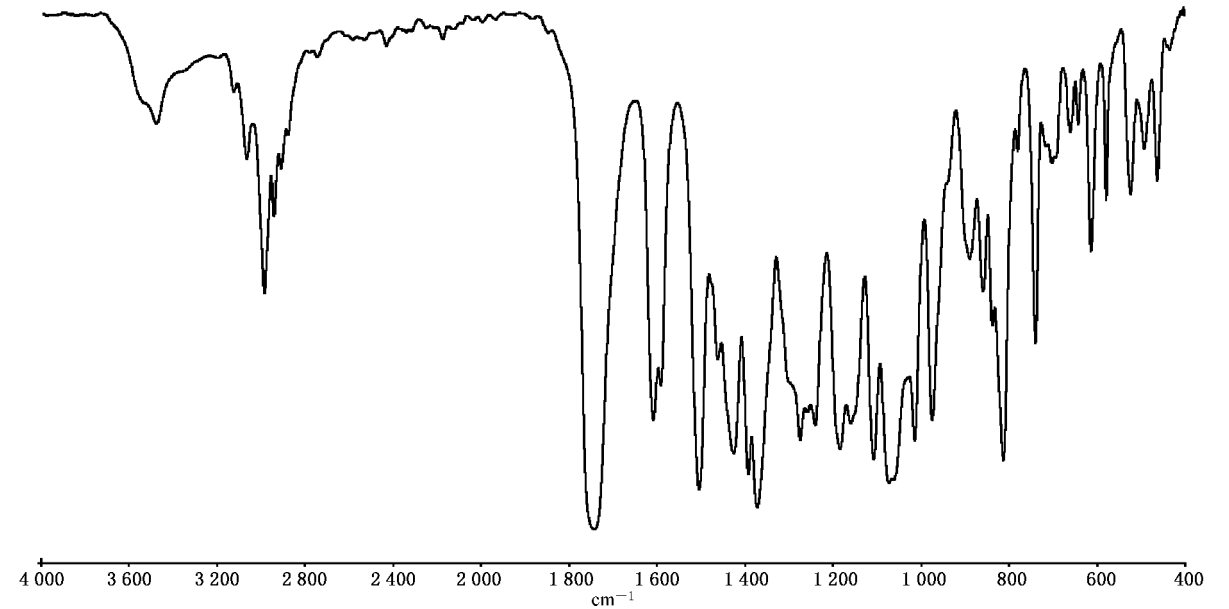


图 1 唑草酮标样的红外光谱图

5.3.2 高效液相色谱法

本鉴别试验可与唑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

峰的保留时间与标样溶液中唑草酮色谱峰的保留时间,其相对差应在 1.5% 以内。

5.3.3 气相色谱法

本鉴别试验可与唑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的保留时间与标样溶液中唑草酮色谱峰的保留时间,其相对差应在 1.5% 以内。

5.4 外观

采用目测法测定。

5.5 唑草酮质量分数

5.5.1 高效液相色谱法(仲裁法)

5.5.1.1 方法提要

试样用乙腈溶解,以乙腈+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 下对试样中的唑草酮进行高效液相色谱分离,外标法定量。

5.5.1.2 试剂和溶液

5.5.1.2.1 乙腈:色谱纯。

5.5.1.2.2 水:新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.5.1.2.3 唑草酮标样:已知唑草酮质量分数, $w \geq 98.0\%$ 。

5.5.1.3 仪器

5.5.1.3.1 高效色谱仪:具有可变波长紫外检测器。

5.5.1.3.2 色谱柱:150 mm $\times$ 4.6 mm (内径) 不锈钢柱,内装 C_{18} 、5 μ m 填充物(或具同等效果的色谱柱)。

5.5.1.3.3 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: $\phi_{\text{乙腈:水}} = 60:40$ 。

5.5.1.4.2 流速:1.0 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 检测波长:245 nm。

5.5.1.4.5 进样体积:5 μ L。

5.5.1.4.6 保留时间:唑草酮约 7.0 min。

5.5.1.4.7 5.5.1.4.1~5.5.1.4.6 的操作条件是典型的。可根据不同仪器特点对给定的操作参数做适当调整,以期获得最佳效果。典型的唑草酮原药的高效液相色谱图见图 2。

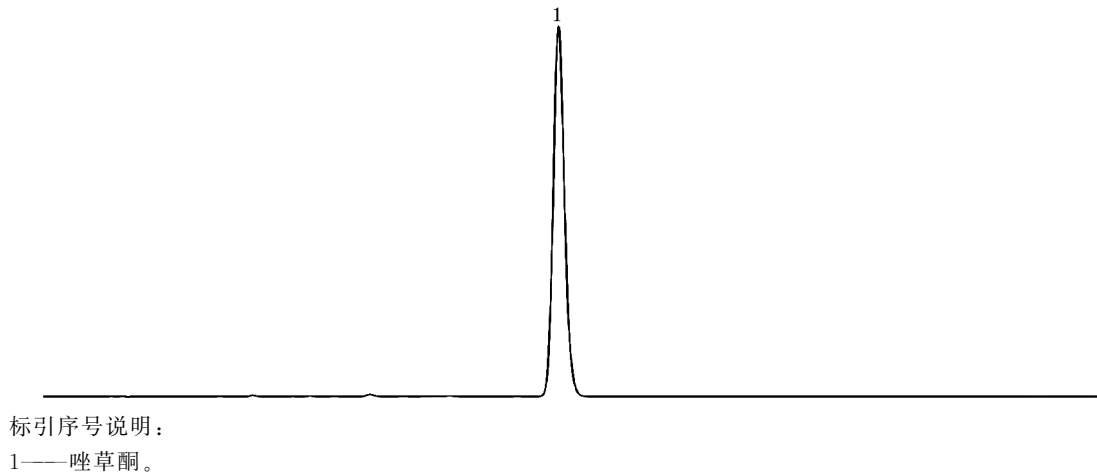


图2 唑草酮原药的高效液相色谱图

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)唑草酮标样,置于 100 mL 容量瓶中,加入 60 mL 乙腈,超声振荡 5 min 使之溶解,冷却至室温,用乙腈稀释至刻度,摇匀。

5.5.1.5.2 试样溶液的制备

样品在 50 ℃~60 ℃下加热融化后,称取含唑草酮 0.05 g(精确至 0.000 1 g)的原药试样,置于 100 mL 容量瓶中,加入 60 mL 乙腈,超声振荡 5 min 使之溶解,冷却至室温,用乙腈稀释至刻度,摇匀。

5.5.1.5.3 测定

在 5.5.1.4.1~5.5.1.4.6 色谱操作条件下,待仪器稳定后,连续注入数针标样溶液,直至相邻两针唑草酮的峰面积相对变化小于 1.2%后,按照唑草酮标样溶液、溶液 I、溶液 I、唑草酮标样溶液的顺序进行测定。

5.5.1.6 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唑草酮的峰面积分别进行平均。试样中唑草酮的质量分数按式(1)计算:

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

式中:

w_1 ——唑草酮的质量分数, %;

A_2 ——试样溶液中,唑草酮峰面积的平均值;

m_1 ——唑草酮标样的质量的数值,单位为克(g);

w ——标样中唑草酮的质量分数, %;

A_1 ——标样溶液中,唑草酮峰面积的平均值;

m_2 ——试样的质量的数值,单位为克(g)。

5.5.1.7 允许差

唑草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。

5.5.2 气相色谱法

5.5.2.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以邻苯二甲酸二环己酯为内标物,使用(5%苯基)甲基聚硅氧烷涂壁的石英毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的唑草酮进行气相色谱分离,内标法定量。

5.5.2.2 试剂和溶液

5.5.2.2.1 丙酮:色谱纯。

5.5.2.2.2 内标物:邻苯二甲酸二环己酯,应没有干扰分析的杂质。

5.5.2.2.3 内标溶液:称取邻苯二甲酸二环己酯 0.5 g,置于 100 mL 容量瓶中,加适量丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.5.2.2.4 唑草酮标样:已知唑草酮质量分数, $w \geq 98.0\%$ 。

5.5.2.3 仪器

5.5.2.3.1 气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器。

5.5.2.3.2 色谱柱:30 m×0.32 mm(内径)毛细管柱,内壁涂(5%苯基)甲基聚硅氧烷,膜厚 0.25 μm (或具同等效果的色谱柱)。

5.5.2.3.3 超声波清洗器。

5.5.2.4 气相色谱操作条件

5.5.2.4.1 温度:柱温:250 $^{\circ}\text{C}$ 、气化室:260 $^{\circ}\text{C}$ 、检测器室:280 $^{\circ}\text{C}$ 。

5.5.2.4.2 气体流量:载气(N_2)1.5 mL/min、氢气 30 mL/min、空气 300 mL/min。

5.5.2.4.3 分流比:50:1。

5.5.2.4.4 进样体积:1.0 μL 。

5.5.2.4.5 保留时间:唑草酮约 4.0 min,内标物约 5.8 min。

5.5.2.4.6 5.5.2.4.1~5.5.2.4.5 的操作条件是典型的,可根据不同仪器特点,对给定的操作参数做适当调整,以期获得最佳效果。典型的唑草酮原药与内标物的气相色谱图见图 3。

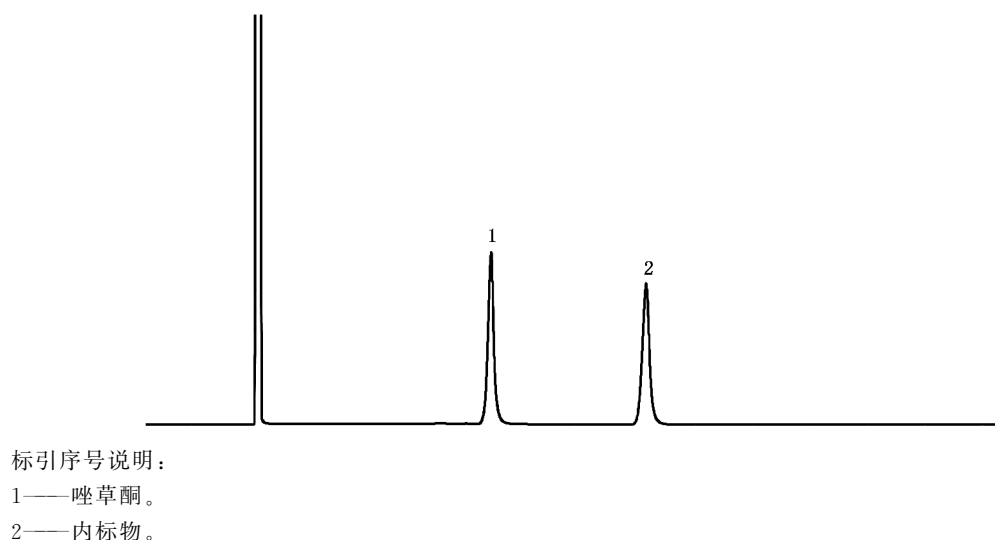


图 3 唑草酮原药与内标物的气相色谱图

5.5.2.5 测定步骤

5.5.2.5.1 标样溶液的制备

称取 0.1 g(精确至 0.000 1 g)唑草酮标样,置于一具塞玻璃瓶中,加入 10 mL 内标溶液,超声振荡 10 min,冷却至室温,摇匀。

5.5.2.5.2 试样溶液的制备

样品在 50 ℃~60 ℃下加热融化后,称取含唑草酮 0.1 g(精确至 0.000 1 g)的原药试样,置于一具塞玻璃瓶中,加入 10 mL 内标溶液,超声振荡 10 min,冷却至室温,摇匀。

5.5.2.5.3 测定

在 5.5.2.4.1~5.5.2.4.5 的操作条件下,待仪器稳定后,连续注入数针标样溶液,直至相邻两针唑草酮与内标物峰面积比相对变化小于 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。

5.5.2.6 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唑草酮与内标峰面积之比分别进行平均,试样中唑草酮的质量分数按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{r_2 \times m_3 \times w}{r_1 \times m_4} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

w_2 ——唑草酮的质量分数,%;

r_2 ——试样溶液中,唑草酮峰面积与内标物的峰面积比的平均值;

m_3 ——唑草酮标样的质量的数值,单位为克(g);

w ——标样中唑草酮的质量分数,%;

r_1 ——标样溶液中,唑草酮峰面积与内标物峰面积比的平均值;

m_4 ——试样的质量的数值,单位为克(g)。

5.5.2.7 允许差

唑草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 水分

按 GB/T 1600—2021 中 4.2 的规定进行。

5.7 丙酮不溶物

按 GB/T 19138 的规定进行。

5.8 酸(碱)度

按 GB/T 28135—2011 中 3.4.1 的规定进行。

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 章中外

观、唑草酮质量分数、水分、酸度或碱度。

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) 国家质量监督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,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,唑草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、包装和储运

8.1 标志、标签和包装

唑草酮原药的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定。

唑草酮原药的包装应采用清洁、含有干燥内衬保护层的铁皮桶包装。

唑草酮原药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

唑草酮原药包装件应储存在通风、干燥的库房中;储运时,应防止潮湿和日晒,不应与食物、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)

唑草酮的其他名称、结构式和基本物化参数

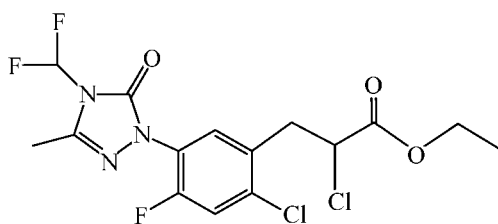
唑草酮的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——ISO 通用名称：Carfentrazone-ethyl；

——CAS 登录号：128639-02-1；

——化学名称：(RS)-2-氯-3-[2-氯-5-(4-二氟甲基-4,5-二氢-3-甲基-5-氧-1*H*-1,2,4-三唑-1-基)-3-氟苯基]丙酸乙酯；

——结构式：



——分子式： $C_{15}H_{14}Cl_2F_3N_3O_3$ ；

——相对分子质量：412.2；

——生物活性：除草；

——熔点： $-22.1\text{ }^{\circ}\text{C}$ ；

——沸点： $(350\sim 355)^{\circ}\text{C}/101.325\text{ kPa}$ ；

——蒸气压($25\text{ }^{\circ}\text{C}$)：0.016 mPa；

——溶解度($20\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 25\text{ }^{\circ}\text{C}$)：水中 0.012 mg/L($20\text{ }^{\circ}\text{C}$)，0.022 mg/L($25\text{ }^{\circ}\text{C}$)；与丙酮、二氯甲烷、乙醇、乙酸乙酯互溶，己烷中 30 g/L，甲苯中 900 g/L；

——稳定性：水解 DT_{50} 3.6 h(pH 9)，8.6 d(pH 7)，pH 5 时稳定；水中光解 DT_{50} 8 d。

