

中华人民共和国国家标准

GB 22167—2008

氟磺胺草醚原药

Fomesafen technical

2008-07-11 发布

2009-01-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本标准的第3章、第5章为强制性的,其余为推荐性的。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会(CSBTS/TC 133)归口。

本标准负责起草单位:沈阳化工研究院。

本标准参加起草单位:大连松辽化工有限公司、江苏长青农化股份有限公司、大连瑞泽农药股份有限公司。

本标准主要起草人:高晓晖、管艳坤、苗革新、于海平、王大春、武铁军。

本标准委托全国农药标准化技术委员会秘书处负责解释。

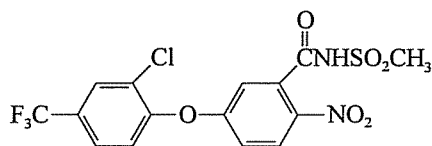
氟磺胺草醚原药

该产品有效成分氟磺胺草醚的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO 通用名称：fomesafen

化学名称：2-氯-4-三氟甲基苯基-3'-甲磺酰基氨基甲酰基-4'-硝基苯基醚。

结构式：



实验式：C₁₅H₁₀ClF₃N₂O₆S

相对分子质量：438.8（按 2005 国际相对原子质量计）

生物活性：除草

熔点：220 °C～221 °C

蒸气压(50 °C)：0.1 mPa

溶解度(20 °C)：水中 0.05 g/L，丙酮中 300 g/L，环己酮中 150 g/L，二氯甲烷中 10 g/L，己烷中 0.5 g/L，二甲苯中 1.9 g/L

稳定性：在 50 °C 下稳定 6 个月以上，光下不稳定，在酸性或碱性条件下不易水解

1 范围

本标准规定了氟磺胺草醚原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由氟磺胺草醚及其生产中产生的杂质组成的氟磺胺草醚原药。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

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 19138 农药丙酮不溶物测定方法

3 要求

3.1 外观

本品应为灰白色固体粉末，无可见外来杂质。

3.2 技术指标

氟磺胺草醚原药应符合表 1 要求。

表 1 氟磺胺草醚原药控制项目指标

项 目		指 标
氟磺胺草醚质量分数/%	≥	95.0
丙酮不溶物 ^a /%	≤	0.5
干燥减量/%	≤	1.0
pH 值范围		3.5~6.0

^a 正常生产时,丙酮不溶物每 3 个月至少进行一次测定。

4 试验方法

4.1 抽样

按 GB/T 1605—2001 中“原药采样”方法进行。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。

4.2 鉴别试验

高效液相色谱法——本鉴别试验可与氟磺胺草醚含量的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液某一色谱峰的保留时间与标样溶液中氟磺胺草醚色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

红外光谱法——试样与标样在 $4\,000\text{ cm}^{-1}$ ~ 400 cm^{-1} 范围内的红外吸收光谱图应无明显差异,见图 1。

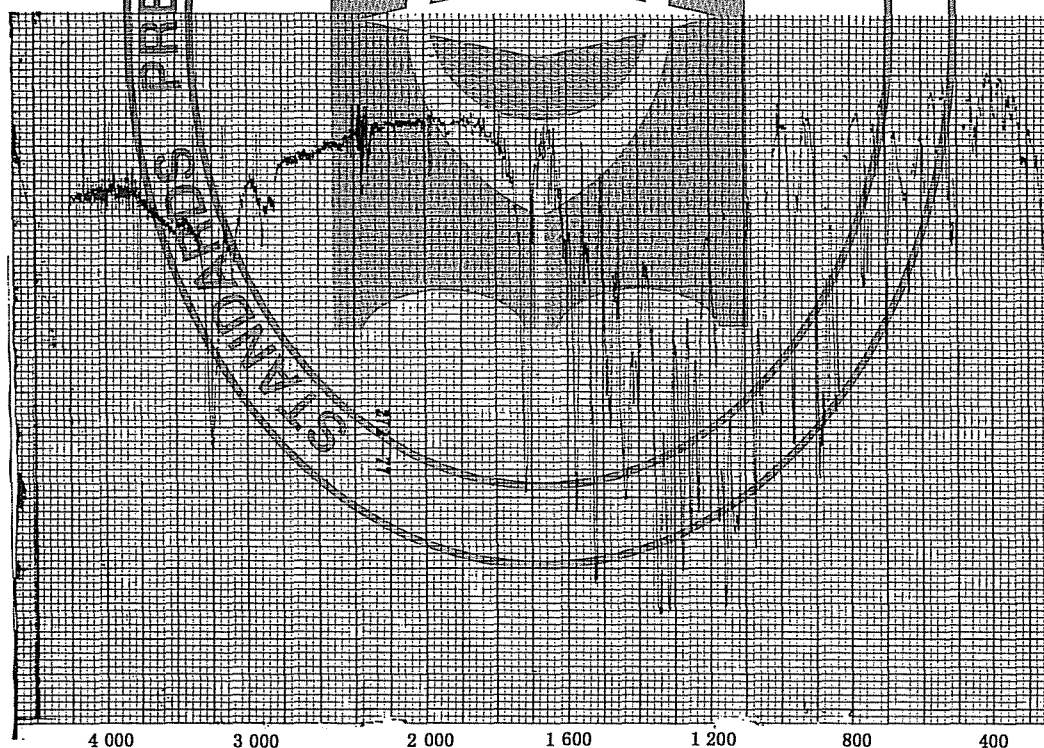


图 1 氟磺胺草醚标样红外光谱图

4.3 氟磺胺草醚质量分数的测定

4.3.1 方法提要

试样用甲醇溶解,以甲醇+水+磷酸为流动相,使用以 Hypersil ODS 为填料的不锈钢柱和紫外检

测器(230 nm),对试样中的氟磺胺草醚进行反相高效液相色谱分离,外标法定量。

4.3.2 试剂和溶液

甲醇:色谱级;

磷酸;

水:新蒸二次蒸馏水;

氟磺胺草醚标样:已知氟磺胺草醚质量分数 $w \geq 98.0\%$ 。

4.3.3 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;

色谱柱:200 mm×4.6 mm(i. d.)不锈钢柱,内装 Hypersil ODS-5 μm 填充物(或具等效效果的色谱柱);

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。

4.3.4 高效液相色谱操作条件

流动相: $\psi(\text{甲醇}:\text{水}:\text{磷酸})=600:400:0.2$,经滤膜过滤,并进行脱气;

流量:1.0 mL/min;

柱温:室温(温差变化应不大于 2 $^{\circ}\text{C}$);

检测波长:230 nm;

进样体积:5 μL ;

保留时间:氟磺胺草醚 7.8 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。典型的氟磺胺草醚原药高效液相色谱图见图 2。

1——氟磺胺草醚。

图 2 氟磺胺草醚原药的高效液相色谱图

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液的制备

称取氟磺胺草醚标样 0.1 g(精确至 0.000 2 g),置于 50 mL 容量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,

摇匀。用移液管准确移取 5 mL 上述溶液置于另一 50 mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

4.3.5.2 试样溶液的制备

称取含氟磺胺草醚 0.1 g(精确至 0.000 2 g)的试样,置于 50 mL 容量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀。用移液管准确移取 5 mL 上述溶液置于另一 50 mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

4.3.5.3 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,直至相邻两针氟磺胺草醚峰面积相对变化小于 1.0%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。

4.3.6 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氟磺胺草醚的峰面积分别进行平均。试样中氟磺胺草醚的质量分数 w_1 (%)按式(1)计算:

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

式中:

A_1 ——标样溶液中,氟磺胺草醚峰面积的平均值;

A_2 ——试样溶液中,氟磺胺草醚峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量,单位为克(g);

m_2 ——试样的质量,单位为克(g);

w ——标样中氟磺胺草醚的质量分数,以%表示。

4.3.7 允许差

氟磺胺草醚质量分数两次平行测定结果之差,应不大于 1.0%,取其算术平均值作为测定结果。

4.4 丙酮不溶物的测定

按 GB/T 19138 测定。

4.5 干燥减量的测定

4.5.1 仪器

烘箱:105 °C±2 °C;

称量瓶:内径 70 mm,高 40 mm;

干燥器。

4.5.2 测定步骤

将称量瓶放入烘箱中烘 1 h,取出置于干燥器内冷却至室温,称量(精确至 0.000 2 g)。重复上述步骤,直至称量瓶恒重为止。在瓶内放置 10 g 试样,铺平,称量(精确至 0.01 g),将称量瓶放入烘箱,不加盖,烘 1 h 后,取出并放入干燥器中冷却至室温,称量(精确至 0.000 2 g)。

4.5.3 计算

试样中干燥减量的质量分数 w_2 (%),按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中:

m_1 ——试样和称量瓶烘干前的质量,单位为克(g);

m_0 ——试样和称量瓶烘干后的质量,单位为克(g);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

4.5.4 允许差

两次平行测定结果之相对偏差,应不大于±15%;取其算术平均值作为测定结果。

4.6 pH 值的测定

按 GB/T 1601 测定。

4.7 产品的检验与验收

应符合 GB/T 1604 的规定。极限数值处理,采用修约值比较法。

5 标志、标签、包装、贮运

5.1 氟磺胺草醚原药的标志、标签、包装,应符合 GB 3796 的规定。

5.2 氟磺胺草醚原药应用清洁、干燥、内衬塑料袋的钢桶或纸板桶包装,每桶净含量应不大于 25 kg。

5.3 根据用户要求或订货协议,可以采用其他形式的包装,但需符合 GB 3796 的规定。

5.4 氟磺胺草醚原药包装件应贮存在通风、干燥的库房中。

5.5 贮运时,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。

5.6 安全:氟磺胺草醚属低毒农药。使用本品应戴好防护手套、口罩,穿干净防护服。使用后应立即用清水和肥皂洗净。如发生中毒现象,应及时去医院治疗。

5.7 验收期:氟磺胺草醚原药验收期为 1 个月。从交货之日起,在一个月內,完成产品质量验收,其各项指标均应符合标准要求。
