The People's Republic of China

EDICT OF GOVERNMENT

In order to promote public education and public safety, equal justice for all, a better informed citizenry, the rule of law, world trade and world peace, this legal document is hereby made available on a noncommercial basis, as it is the right of all humans to know and speak the laws that govern them.

GB 22173 (2008) (Chinese): Oxadiazon Technical

BLANK PAGE

PROTECTED BY COPYRIGHT

ICS 65.100.20
G 25

中华人民共和国国家标准

GB ××××—××××

噁草酮原药

Oxadiazon Technical

（报批稿）

200×-××-××发布　　200×-××-××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章是强制的，其余是推荐的。

本标准的附录A是资料性附录。

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、安徽省化工研究院。

本标准参加起草单位：安徽科立华化工公司。

本标准主要起草人：姜敏怡、邢君、韩谋国、蒋闵、王多余。

本标准委托全国农药标准化技术委员会秘书处负责解释。

噁草酮原药

该产品有效成分噁草酮的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

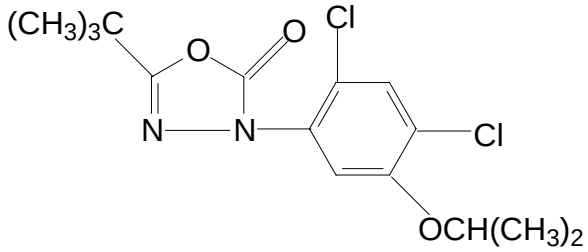
ISO 通用名称：Oxadiazon

CAS 登录号：19666-30-9

CIPAC 数字代码：213

化学名称：5-特丁基-3-(2,4-二氯-5-异丙氧苯基)-1,3,4-噁二唑-2(3H)-酮

结构式：



实验式：$C_{15}H_{18}Cl_2N_2O_3$

相对分子质量：345.2(按 2003 年国际相对原子质量计)

生物活性：除草

熔点：约 90℃

蒸气压：＜0.133 mPa(20℃)

溶解度(20℃，)：水中 0.7mg/l；丙酮、苯乙酮、苯甲醚中 600 g/L；苯、甲苯、三氯甲烷中 1kg/l。

稳定性：常温下贮存稳定。土壤中DT_{50}约90天。

1 范围

本标准规定了噁草酮原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由噁草酮和生产中产生的杂质组成的噁草酮原药。

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 601—2002 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 1600 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 19138 农药丙酮不溶物测定方法

3 要求

3.1 外观

白色至棕黄色固体，无可见的外来物和填加的改性剂。

3.2　噁草酮原药应符合表 1 要求。

表1　噁草酮原药质量控制项目指标

项　　目		指　　标
噁草酮质量分数/%	≥	95.0
水分/%	≤	0.5
丙酮不溶物[a]/%	≤	0.5
酸度(以H_2SO_4计)/%	≤	0.3
a　丙酮不溶物，每 3 个月至少测定一次。		

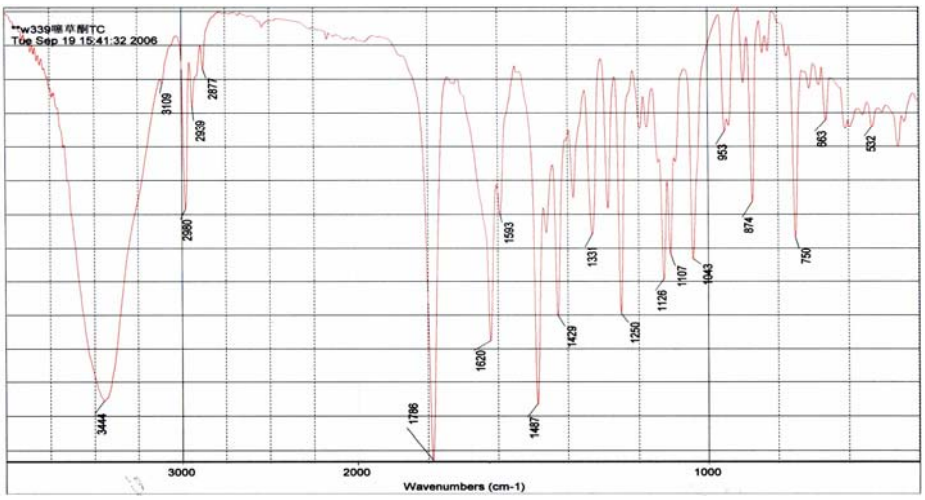
4　试验方法

4.1　抽样

按GB/T 1605—2001中“商品原药采样”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

红外光谱法——试样与标样在4000cm^{-1}～400cm^{-1}范围的红外吸收光谱图应没有明显区别。标样红外光谱图见图1。



噁草酮标准红外光谱图

气相色谱法——本鉴别试验可与噁草酮质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液中某个色谱峰的保留时间与标样溶液中噁草酮的色谱峰的保留时间，其相对差值应在1.5% 以内。

4.3　噁草酮质量分数的测定

4.3.1　方法提要

试样用三氯甲烷溶解，以二十四烷为内标物，使用HP-5(5%苯甲基硅酮)涂壁的石英毛细管柱，和氢火焰离子化检测器，对试样中的噁草酮进行毛细管气相色谱分离和测定。本方法为仲裁法，也可使用填充柱气相色谱法，色谱操作条件参见附录A。

4.3.2　试剂和溶液

三氯甲烷；

噁草酮标样：已知质量分数，≥99.0%；

二十四烷：不含有干扰分析的杂质；

内标溶液：称取5.0 g的二十四烷，于1000 mL的容量瓶中，用三氯甲烷溶解、定容、摇匀。

4.3.3 仪器

气相色谱仪：具氢火焰离子化检测器；

色谱柱：30 m×0.32 mm (i.d.) 石英毛细柱，内壁涂HP-5(5%苯甲基硅酮)，膜厚0.25 μm；

色谱数据处理机或色谱工作站。

4.3.4 气相色谱操作条件

温度(℃)：柱室210、气化室250、检测室260；

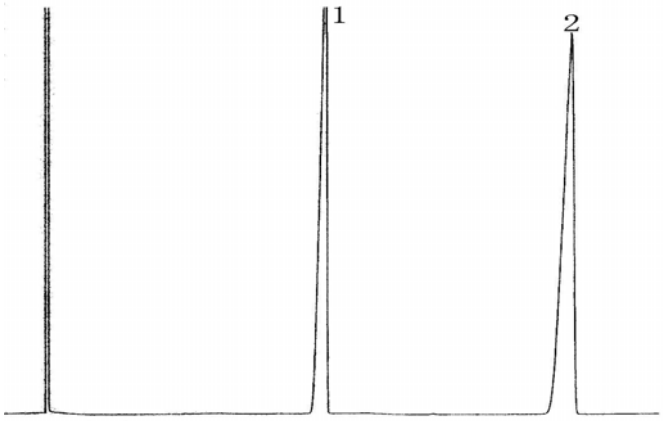
气体流量(mL/min)：载气 (N_2) 1.8、补偿气 (N_2) 25、氢气40、空气400；

分流比：40∶1；

进样体积：1.0 μL；

保留时间：噁草酮：约6.5 min、内标物： 约10.8 min。

上述气相色谱操作条件，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。典型的噁草酮原药与内标物的气相色谱图见图2。



1—噁草酮

2—内标物

噁草酮原药与内标物的气相色谱图

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液的配制

称取噁草酮标样0.05 g(精确至0.00002 g)，置于一具塞玻璃瓶中，用移液管准确加入5 mL内标溶液，摇匀。

4.3.5.2 试样溶液的配制

称取试样0.05 g(精确至0.00002 g)，置于一具塞的玻璃瓶中，用与 4 . 3. 5. 1 中使用的同一支移液管准确加入5 mL内标溶液，摇匀。

4.3.5.3 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，直至相邻两针噁草酮与内标物的峰面积比的相对变化小于1.5%后, 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。

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噁草酮与内标物的峰面积比分别进行平均。试样中噁草酮质量分数 ω_1(%)按式(1)计算：

$$\omega_1 = \frac{\gamma_2 \times m_1 \times \omega}{\gamma_1 \times m_2} \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：

r_1——标样溶液中噁草酮与内标物峰面积比的平均值；

r_2——试样溶液中噁草酮与内标物峰面积比的平均值；

m_1——标样的质量，单位为克(g)；

m_2——试样的质量，单位为克(g)；

ω——标样中噁草酮的质量分数，% 。

4.3.7　允许差

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。

4.4　水分的测定

按GB/T 1600 中的“卡尔・费休法”进行。

4.5　丙酮不溶物的测定

按GB/T 19138进行。

4.6　酸度的测定

4.6.1　试剂和溶液

95%乙醇；

氢氧化钠标准滴定溶液 $c(NaOH) = 0.02$ mol/L，按 GB/T 601—2002 中 4.1 配制和标定；

甲基红：2 g/L 乙醇溶液；

溴甲酚绿：1 g/L 乙醇溶液；

混合指示剂：取1 mL甲基红乙醇溶液和3 mL溴甲酚绿乙醇溶液，混合均匀。

4.6.2　测定步骤

称取试样2 g(精确至0.002 g)，置于一个250 mL锥形瓶中，加入95%乙醇50 mL，摇动使试样溶解。加入8滴混合指示剂，用0.02 mol / L氢氧化钠标准滴定溶液滴定，溶液由红色变为亮绿色即为终点。同时做空白测定。

4.6.3　计算

试样的酸度 ω_2(%)，按式(2)计算：

$$\omega_2 = \frac{c(V_1 - V_0)\times M}{m \times 1000} \times 100 \quad \cdots\cdots (2)$$

式中:

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

V_1——滴定试样溶液，消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V_0——滴定空白溶液，消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

m ——试样的质量，单位为克(g)；

M——硫酸的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)，[$M(\frac{1}{2} H_2SO_4) = 49$ g/mol]。

4.7　产品的检验与验收

产品的检验与验收，应符合GB/T 1604的规定。极限数值的处理，采用修约值比较法。

5　标志、标签、包装、贮运

5.1　噁草酮原药的标志、标签和包装，应符合 GB 3796 的规定。

5.2　噁草酮原药应用编织袋内衬清洁的塑料袋或纸板桶内衬清洁的塑料袋包装，每袋、每桶净含量一般为 25kg 或 40 kg。也可根据用户要求或订货协议，采用其他形式的包装，但需符合 GB 3796 的规定。

5.3　噁草酮原药包装件应贮存在通风、干燥的库房中。

5.4　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。

5.5　安全：本品属低毒除草剂，吞噬和吸入均有毒，可经皮肤渗入。使用本品时要戴防护镜和胶皮手套穿必要的防护衣物。如皮肤、眼睛不慎沾上本品，应立即用大量清水冲洗。误服者应立即送医院对症治疗。

5.6　验收期：噁草酮原药的验收期为 1 个月。从交货之日起，在 1 个月内完成产品的质量验收，其各项指标均应符合标准要求。

附录A

（资料性附录）

噁草酮填充柱气相色谱分析条件

A.1. 方法提要

试样用三氯甲烷溶解，以邻苯二甲酸双环己酯为内标物，使用 5%OV-210/Chromosorb W AW-DMCS(180～250μm)为填充物的不锈钢柱和氢火焰离子化检测器，对噁草酮进行气相色谱分离和测定。

A.2. 试剂和溶液

三氯甲烷；

噁草酮标样：已知质量分数，≥99.0%；

内标物：邻苯二甲酸双环己酯，不应含有干扰分析的杂质。

A.3. 仪器和试剂

气相色谱仪：具氢火焰离子化检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱： 1 m×3 mm(i.d.)不锈钢柱；

柱填充物：OV-210 涂渍在 Chromosorb W AW-DMCS 载体(180～250μm)上，固定液：(固定液+载体)=5：100。

A.4. 色谱操作条件

温度(℃)：柱温 200、气化室 250、检测器 260；

流速(mL/min)：载气(N_2)30、氢气 30、空气 300；

进样体积：1.0 μL；

保留时间(min)：噁草酮 约 8.9；内标物 约 15.8。

A.5. 测定步骤

A.5.1. 标样溶液的制备

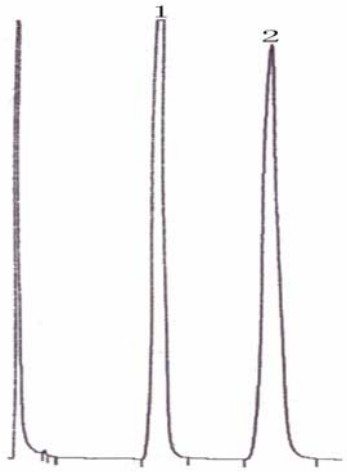
称取噁草酮标样0.05 g(精确至0.00002 g)，置于一具塞的玻璃瓶中，用移液管准确加入5 mL内标溶液，摇匀。

A.5.2. 试样溶液的制备

称取含噁草酮约0.05 g的试样(精确至0.00002 g)，置于一具塞的玻璃瓶中，用与A.5.1中使用的同一支移液管准确加入5 mL内标溶液，摇匀。

A.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，直至相邻两针噁草酮与内标物的峰面积比的变化小于 1.5%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。典型图谱见图 A1。



1—噁草酮

2—内标物

图A1　噁草酮与内标物的气相色谱图

A.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噁草酮与内标物峰面积之比，分别进行平均。试样中噁草酮的质量分数 ω_1(%)按式(A1)计算：

$$\omega_1 = \frac{\gamma_2 \times m_1 \times \omega}{\gamma_1 \times m_2} \cdots\cdots (A1)$$

式中：

r_1——标样溶液中噁草酮与内标物峰面积比的平均值；

r_2——试样溶液中噁草酮与内标物峰面积比的平均值；

m_1——标样的质量，单位为克(g)；

m_2——试样的质量，单位为克(g)；

ω——标样中噁草酮的质量分数，%。