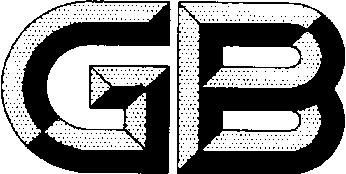
ICS 65.100.20

CCS G 25



中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX

|  |
| --- |
| 代替GB/T 24751-2009 |

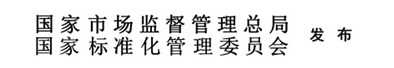
异噁草松原药

Clomazone technical material

|  |
| --- |
| 征求意见稿 |
| （本稿完成日期：2025年10月） |

XXXX-XX-XX发布

XXXX-XX-XX实施



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 24751-2009《异噁草松原药》，与 GB/T 24751-2009相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

——更改了异噁草松质量分数的测定方法（见5.5，2009版的4.3）；

——增加了检验规则（见6）；

——将验收期改为质量保证期（见7，2008版的5.6）。

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：沈阳沈化院测试技术有限公司。

本文件主要起草人：刘莹等。

本文件所代替文件的历次版本发布情况为：

——GB/T 24751-2009；

——本次为首次修订。

异噁草松原药

1. 范围

本文件规定了异噁草松原药的技术要求、试验方法、检验规则、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运。

本文件适用于异噁草松原药产品的质量控制。

注：异噁草松的其他名称、结构式和基本物化参数参见附录A。

1. 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 28135-2011 农药酸（碱）度测定方法 指示剂法

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

1. 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

1. 技术要求
   1. 外观

无色至淡黄色粘稠液体或白色值淡黄色固体、半固状物。

* 1. 技术指标

异噁草松原药应符合表1要求。

1. 异噁草松原药技术指标

|  |  |
| --- | --- |
| 项 目 | 指 标 |
| 异噁草松质量分数/% | ≥93.0 |
| 水分/% | ≤0.5 |
| 丙酮不溶物a/% | ≤0.2 |
| 酸度（以H2SO4计）/% | ≤0.3 |
| a 正常生产时，丙酮不溶物每3个月至少测定一次。 | |

1. 试验方法

警示：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。

* 1. 一般规定

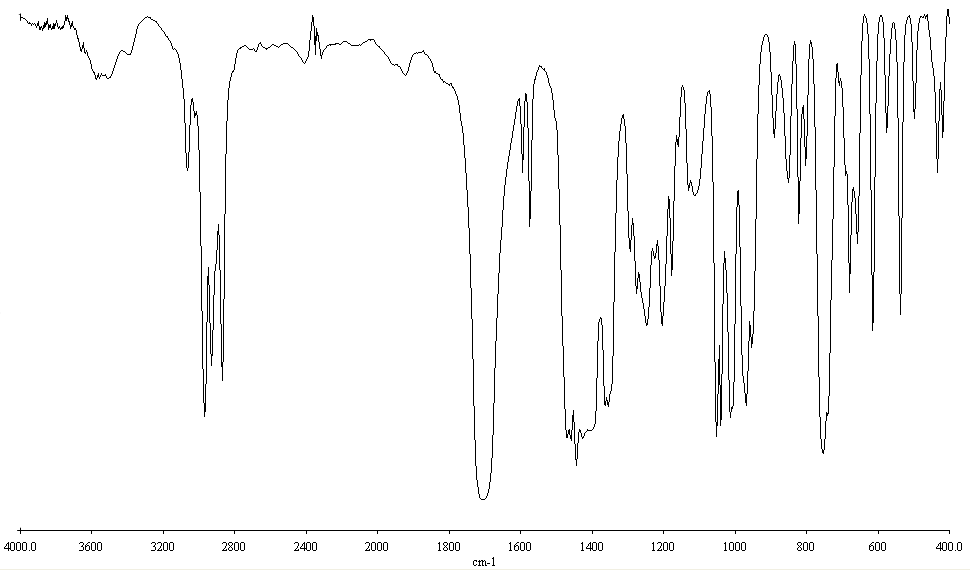
本文件所用试剂和水在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和蒸馏水。

* 1. 取样

按 GB/T 1605—2001中5.3.1进行。用随机数表法确定抽样的包装件；最终取样量应不少于100 g。

* 1. 鉴别试验
     1. 红外光谱法

异噁草松原药与异噁草松标样在4000 cm-1～400 cm-1范围的红外吸收光谱图应没有明显区别。异噁草松标样红外光谱图见图1。



1. 异噁草松标样的红外光谱图
   * 1. 高效液相色谱法

本鉴别试验可与异噁草松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异噁草松的色谱峰的保留时间，其相对差应在1.5%以内。

* 1. 外观的测定

采用目测法测定。

* 1. 异噁草松质量分数的测定
     1. 液相色谱法
        1. 方法提要

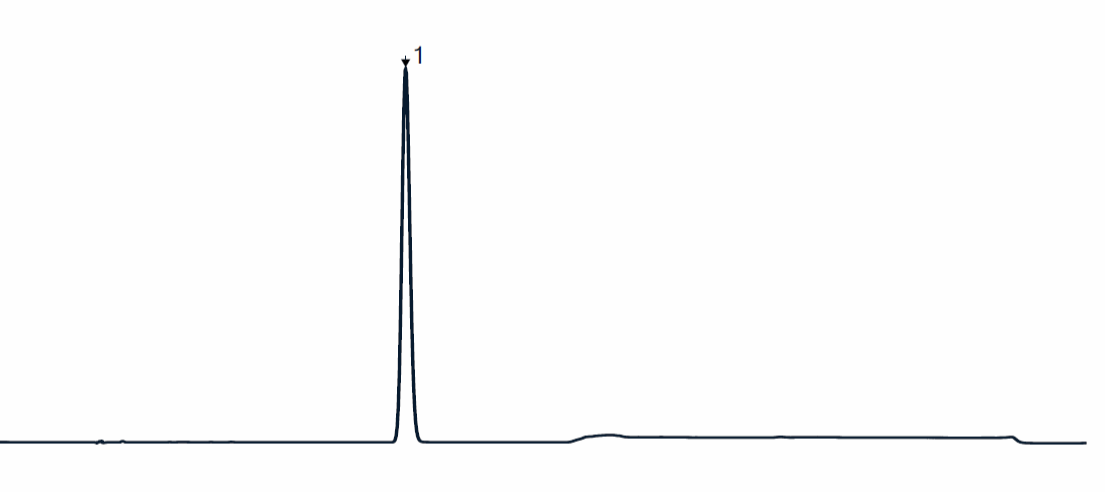
试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以 C18为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长236 nm下，对试样中的异噁草松进行高效液相色谱分离，外标法定量。

* + - 1. 试剂和溶液
         1. 甲醇：色谱纯。
         2. 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。
         3. 异噁草松标样：已知异噁草松质量分数，*ω*≥98.0%。
      2. 仪器
         1. 高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。
         2. 色谱柱：250 mm×4.6 mm(i.d.)不锈钢柱，内装C18、5 μm 填充物(或具同等效果的色谱柱)。
         3. 超声波清洗器。
      3. 高效液相色谱操作条件
         1. 流动相A：甲醇。
         2. 流动相B：超纯水。
         3. 流动相梯度洗脱条件详见表2。

1. 表2 流动相梯度洗脱条件

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 时间  （min） | 流速  （mL/min） | *ψ*（流动相A）  （%） | *ψ*（流动相B）  （%） |
| 0.0 | 1.0 | 65 | 35 |
| 10.0 | 1.0 | 65 | 35 |
| 10.1 | 1.0 | 90 | 10 |
| 20.0 | 1.0 | 90 | 10 |
| 20.1 | 1.0 | 65 | 35 |
| 25.0 | 1.0 | 65 | 35 |

* + - * 1. 柱温：室温（温度变化应不大于2 ℃）。
        2. 检测波长：236 nm。
        3. 进样体积：5 μL。
        4. 保留时间：异噁草松约9.3 min。
        5. 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。典型的异噁草松原药高效液相色谱图见图3。



标引序号说明：

1——异噁草松。

1. 异噁草松原药的高效液相色谱图
   * + 1. 测定步骤
          1. 标样溶液的制备

称取0.05 g（精确至0.0001 g）异噁草松标样，置于50 mL容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀。

* + - * 1. 试样溶液的制备

称取于水浴中全部熔化的含异噁草松0.25 g（精确至0.0001 g）的试样，置于50 mL容量瓶中，用甲醇溶解并定容至刻度，摇匀。用移液管移取上述溶液10 mL于50 mL容量瓶中，用甲醇稀释并定容至刻度，摇匀。

* + - * 1. 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，直至相邻两针异噁草松峰面积相对变化小于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。

* + - 1. 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异噁草松峰面积分别进行平均，试样中异噁草松的质量分数按式(1)计算：

……………………………………………（1）

式中：

*ω*1——试样中异噁草松的质量分数，以百分数（%）表示；

*A*2——试样溶液中，异噁草松的峰面积的平均值；

*m*1——异噁草松标样的质量的数值，单位为克(g)；

*ω*b——标样中异噁草松的质量分数，以百分数（%）表示；

*A*1——标样溶液中，异噁草松的峰面积的平均值；

*m*2——试样的质量的数值，单位为克(g)。

* + - 1. 允许差

异噁草松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。

* 1. 水分的测定

按 GB/T 1600-2021中4.2进行。

* 1. 丙酮不溶物的测定

按 GB/T 19138进行。

* 1. 酸度的测定

GB/T 28135-2011进行。

1. 检验规则
   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。出厂检验项目为异噁草松质量分数，水分和酸度。

* 1. 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） 国家法定质量监管机构提出型式检验要求时。

* 1. 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，则判定该批次产品不合格。

1. 验收和质量保证期
   1. 验收

应符合 GB/T 1604的规定。

* 1. 质量保证期

在8.2的储运条件下，异噁草松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。

1. 标志、标签、包装、储运
   1. 标志、标签、包装

异噁草松原药的标志、标签、包装应符合 GB 3796的规定；异噁草松原药应用内衬塑料袋的铁桶包装，每桶净重50 kg、100 kg或200 kg；根据用户要求或订货协议可采用其他形式的包装，但需符合 GB 3796的规定。

* 1. 储运

异噁草松原药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。

1. （资料性）  
   异噁草松的其他名称、结构式和基本物化参数

异噁草松的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——ISO通用名称：Clomazone；

——CAS登录号：81777-89-1；

——化学名称：*2*-(2-氯苄基)-4,4-二甲基异噁唑-3-酮；

——结构式：



——分子式：C12H14ClNO2；

——相对分子质量：239.7；

——生物活性：除草；

——熔点：25~34.7 ℃；

——沸点：275.4~~281.7 ℃/760 mmHg；

——蒸气压（25℃）：19.2 mPa；

——溶解度(20 ℃~25 ℃，g/L)：水中1.102，丙酮＞1000、乙腈＞1000、二氯甲烷 955、乙酸乙酯 940、甲醇 969、正庚烷 192、甲苯＞1000；

——稳定性：在室温下至少2年稳定，50 ℃下至少3个月稳定，日光下，水溶液中DT50大于30d。

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_