

团 体 标 准

T/CCPIA 050—2019

特丁津原药

Terbutylazine technical material

2020-02-25 发布

2020-02-25 实施

中国农药工业协会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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这些专利的责任。

本标准由中国农药工业协会提出。

本标准由中国农药工业协会归口。

本标准起草单位：浙江中山化工集团股份有限公司、河北临港化工有限公司、沈阳化工研究院有限公司。

本标准主要起草人：黎娜、牛永芳、杨华春、张磊、刘素良、戎谔。



CCPIA

特丁津原药

1 范围

本标准规定了特丁津原药的要求、试验方法、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运。
本标准适用于由特丁津及其生产中产生的杂质组成的特丁津原药。

注：特丁津的其他名称、结构式和基本物化参数参见附录A。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

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 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 30361—2013 农药干燥减量的测定方法

3 要求

3.1 外观

白色至灰白色粉末。

3.2 技术指标

特丁津原药还应符合表 1 要求。

The logo for CCPIA (China Crop Protection Industry Association) is displayed in a large, bold, green font. It features a stylized green plant with three leaves above the letters. The letters 'C', 'C', 'P', 'I', and 'A' are arranged horizontally and are interconnected.

表1 特丁津原药控制项目指标

项 目	指 标
特丁津质量分数/%	\geq 97.0
氯化钠质量分数/%	\leq 1.0
pH 范围	6.0~9.0
干燥减量/%	\leq 1.0
<i>N,N</i> -二甲基甲酰胺不溶物 ^a /%	\leq 0.3
注： ^a 正常生产时， <i>N,N</i> -二甲基甲酰胺不溶物试验每3个月至少进行一次。	

4 试验方法

安全提示：使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准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，并保证符合国家有关法规的规定。

4.1 一般规定

本标准所用试剂和水在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 进行。

4.2 抽样

按 GB/T 1605—2001 中 5.3.1 进行。用随机法确定采样的包装件，最终抽样量不少于 100 g。

4.3 鉴别试验

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

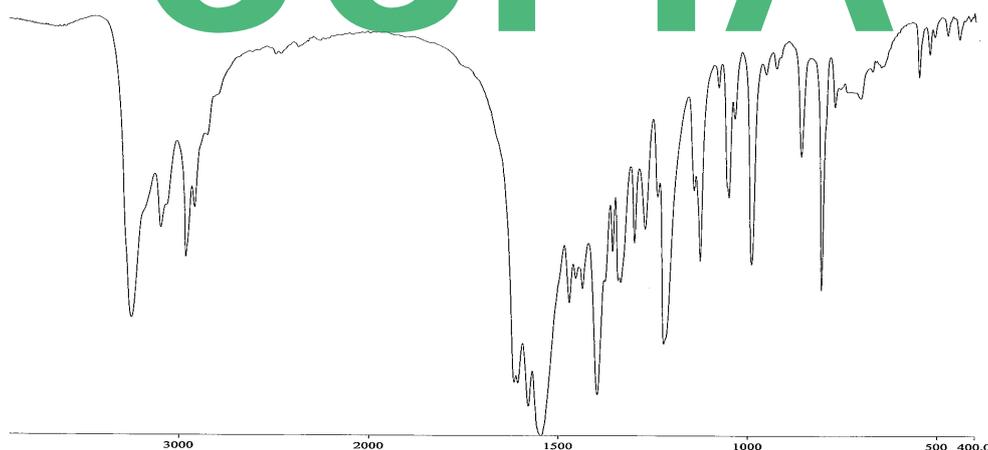


图1 特丁津标样的红外光谱图

气相色谱法——本鉴别试验可与特丁津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特丁津色谱峰的保留时间，其相对差值应在 1.5% 以内。

4.4 特丁津质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样用丙酮溶解，以邻苯二甲酸二丁酯为内标物，使用 DB-WAX 毛细管色谱柱和氢火焰离子化检测器，对试样中的特丁津进行气相色谱分离，内标法定量。

4.4.2 试剂和溶液

丙酮。

特丁津标样：已知质量分数， $\omega \geq 99.0\%$ 。

内标物：邻苯二甲酸二丁酯，应不含干扰分析的杂质。

内标溶液：称取邻苯二甲酸二丁酯 6.5 g，置于 1000 mL 容量瓶中，加丙酮溶解并稀释至刻度，摇匀。

4.4.3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器。

色谱处理机或色谱工作站。

色谱柱：30 m×0.32 mm (i.d.) 毛细管柱，键合 DB-WAX，膜厚 0.25 μm (或具等效效果的色谱柱)。

微量进样器：10 μL 。

4.4.4 气相色谱操作条件

温度($^{\circ}\text{C}$)：柱温 210，气化室 250，检测器室 250。

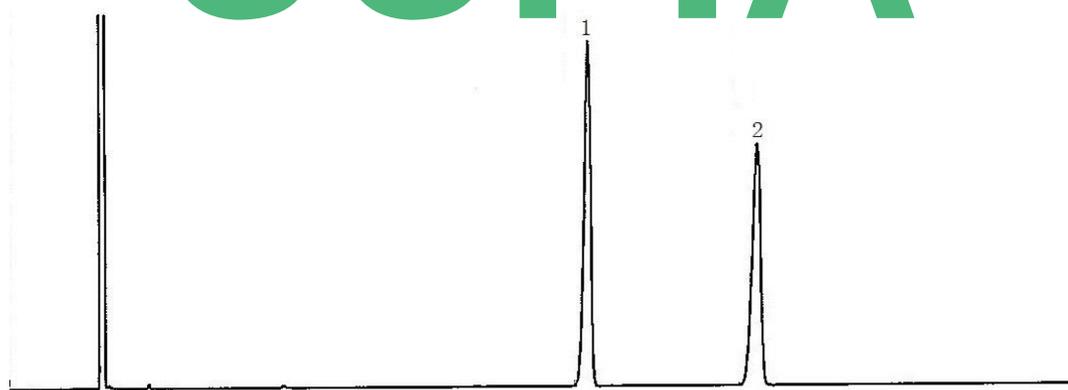
气体流量(mL/min)：载气(N_2) 2.0，氢气 30，空气 300。

分流比：50 : 1。

进样量：1.0 μL 。

保留时间(min)：内标物 8.0，特丁津 10.4。

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。典型的特丁津原药与内标物的气相色谱图见图 2。



说明：

1——内标物；

2——特丁津。

图2 特丁津原药与内标物的气相色谱图

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的制备

称取 0.1 g (精确至 0.000 1 g) 特丁津标样于一具塞玻璃瓶中, 用移液管加入 10 mL 内标溶液, 摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.1 g (精确至 0.000 1 g) 特丁津的试样于一具塞玻璃瓶中, 用与 4.4.5.1 中相同的移液管加入 10 mL 内标溶液, 摇匀, 过滤。

4.4.5.3 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, 直至相邻两针特丁津峰面积与内标物峰面积的比的相对变化小于 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。

4.4.5.4 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的特丁津峰面积分别进行平均, 试样中特丁津质量分数按式 (1) 计算:

$$\omega_1 = \frac{r_2 \times m_1 \times \omega}{r_1 \times m_2} \dots \dots \dots (1)$$

式中:

ω_1 ——试样中特丁津的质量分数, 以%表示;

r_2 ——试样溶液中特丁津峰面积与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——标样的质量, 单位为克 (g);

ω ——标样中特丁津的质量分数, 以%表示;

4.4.6 r_1 ——标样溶液中特丁津峰面积与内标物峰面积比的平均值; m_2 ——试样的质量, 单位为克 (g)。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。

4.5 氯化钠质量分数的测定

4.5.1 试剂和溶液

95%乙醇。

硫酸溶液: 硫酸: 水=1:1 (V/V)。

硝酸银标准滴定溶液: $c(\text{AgNO}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$, 按 GB/T 601 配制。

盐酸标准溶液: $c(\text{HCl}) = 0.1 \text{ mol/L}$, 按 GB/T 601 配制。

4.5.2 仪器

电位滴定仪: 读数精确至 2 mV。

电极系统: 银-217型甘汞电极, 带硝酸钾盐桥。

4.5.3 测定步骤

称取约1 g（精确至0.000 2 g）试样于250 mL烧杯中，加入乙醇20 mL，用水稀释至约150 mL，小心地用硫酸溶液酸化至 pH值为1.0~2.0，用移液管准确加入盐酸标准溶液2 mL，用硝酸银标准滴定溶液进行电位滴定。

4.5.4 计算

试样中氯化钠的质量分数按式（2）计算：

$$\omega_2 = \frac{M \times (V_1 c_1 - V_2 c_2) \times 100}{m_3} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

ω_2 ——试样中氯化钠的质量分数，以%表示；

V_1 ——滴定时消耗硝酸银标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

c_1 ——硝酸银标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

V_2 ——加入试样溶液中的盐酸标准溶液的体积，单位为毫升（mL）； c_2 ——盐酸标准溶液的实际浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

m_3 ——试样的质量，单位为克（g）；

M ——氯化钠的毫摩尔质量，单位为克每毫摩尔（g/mmol）， $M=0.05845$ 。

4.6 pH值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.7 干燥减量的测定

按 GB/T 30361—2013 中2.1进行。

4.8 *N,N*-二甲基甲酰胺不溶物的测定

4.8.1 试剂与仪器

N,N-二甲基甲酰胺。

标准具塞磨口锥形烧瓶：250 mL。

回流冷凝管。

玻璃砂芯坩埚漏斗 G₃型。

锥形抽滤瓶：500 mL。

烘箱。

玻璃干燥器。

加热套。

4.8.2 测定步骤

将玻璃砂芯坩埚漏斗烘干（110 ℃±2 ℃约1 h）至恒重（精确至0.000 1 g），放入干燥器中冷却待用。称取10 g（精确至0.000 1 g）样品，置于锥形烧瓶中，加入150 mL *N,N*-二甲基甲酰胺振摇，尽量使样品溶解。然后装上回流冷凝器，在加热套中加热至沸腾，回流5 min后停止加热。装配砂芯坩埚漏斗抽滤装置，在减压条件下尽快使热溶液快速通过漏斗。用60 mL热 *N,N*-二甲基甲酰胺分3次洗涤，

抽干后取下玻璃砂芯坩埚漏斗，将其放入160℃±2℃烘箱中干燥30 min，取出放入干燥器中，冷却后称重（精确至0.000 1 g）。

4.8.3 计算

N,N-二甲基甲酰胺不溶物按式（3）计算：

$$\omega_3 = \frac{m_1 - m_0}{m_2} \times 100 \dots \dots \dots (3)$$

式中：

ω_3 ——*N,N*-二甲基甲酰胺不溶物，以%表示；

m_1 ——不溶物与玻璃坩埚漏斗的质量，单位为克（g）；

m_0 ——玻璃坩埚漏斗的质量，单位为克（g）；

m_2 ——试样的质量，单位为克（g）。

4.8.4 允许差

两次平行测定结果之相对差应不大于20%，取其算术平均值作为测定结果。

5 验收和质量保证期

5.1 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

5.2 质量保证期

在规定的储运条件下，特丁津原药的质量保证期从生产日期算起为2年。质量保证期内，各项指标均应符合标准要求。

6 标志、标签、包装、储运

6.1 标志、标签和包装

特丁津原药的标志、标签和包装，应符合 GB 3796 的规定。

特丁津原药应用清洁、干燥、内衬塑料袋的编织袋包装，每袋净含量 25 kg。也可以根据用户要求和订货协议，采用其它形式的包装，但要符合 GB 3796 中的有关规定。

6.2 储运

特丁津原药储运时，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。包装件储存在通风、干燥（低温）的仓库中，堆放方式应符合安全、搬运方便的原则。

附录 A

(资料性附录)

特丁津的其他名称、结构式和基本物化参数

本产品有效成分特丁津的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

ISO通用名称: Terbutylazine

CAS登录号: 5915-41-3

CIPAC数字代码: 234

化学名称: 2-氯-4-特丁氨基-6-乙氨基-1,3,5-三嗪

结构式:



实验式: $C_9H_{16}ClN_5$

相对分子质量: 229.7

生物活性: 除草

熔点: 175.5 °C

蒸气压 (25 °C): 0.09 mPa

溶解度 (g/L, 20 °C~25 °C): 水0.009 (pH 7.4), 丙酮41, 二氯甲烷51, 乙酸乙酯35, 正己烷0.41, 甲醇18, 正辛醇12, 甲苯9.8

稳定性: DT_{50} 73 d (pH 5.0), 205 d (pH 7.0), 194 d (pH 9.0) (均 25 °C)。在自然光照下, DT_{50} >40 d

CCPIA