

团 体 标 准

T/CCPIA 098—2021

农药中间体 3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁 二嗪

Pesticides intermediate
3-methyl-4-nitroimino-perhydro-1,3,5-oxadiazine

2021-04-30 发布

2021-04-30 实施

中国农药工业协会 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。

本文件由中国农药工业协会提出并归口。

本文件起草单位：宁夏东吴农化股份有限公司、山东省联合农药工业有限公司、宁夏贝利特生物科技有限公司。

本文件主要起草人：吴根龙、周甦、余友成、姜文文、李小露。



CCPIA

农药中间体 3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪

1 范围

本文件规定了3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪的要求、试验方法、检验规则、验收期以及标志、标签、包装、储运。

本文件适用于3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪产品的质量控制,也可作为供需双方贸易、合格评定以及管理活动等的依据。

注:3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪的名称和结构式参见附录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 12463-2009 危险货物运输包装通用技术条件规定

GB 191-2008 包装储运图示标志

GB/T 6283—2008 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法(通用方法)

GB/T 6678—2003 化工产品采样总则

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

GB/T 8170-2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB 15258 化学品安全标签编写规定

GB/T 21781-2008 化学品的熔点及熔融范围试验方法 毛细管法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 要求

4.1 外观

白色粉末。

4.2 技术指标

农药中间体3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪还应符合表1要求。

表1 农药中间体 3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪控制项目指标

项 目	指 标
3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪质量分数/%	≥ 98.0
水分/%	≤ 0.5
熔点/ $^{\circ}\text{C}$	140.0~145.0

5 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。

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。检验结果的判定按 GB/T 8170-2008中4.3.3进行。

5.2 取样

按 GB/T 6678-2003、GB/T 6679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

农药中间体3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪与3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪标样在4000 cm^{-1} ~650 cm^{-1} 范围的红外吸收光谱图应没有明显区别。3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪标样红外光谱图见图1。

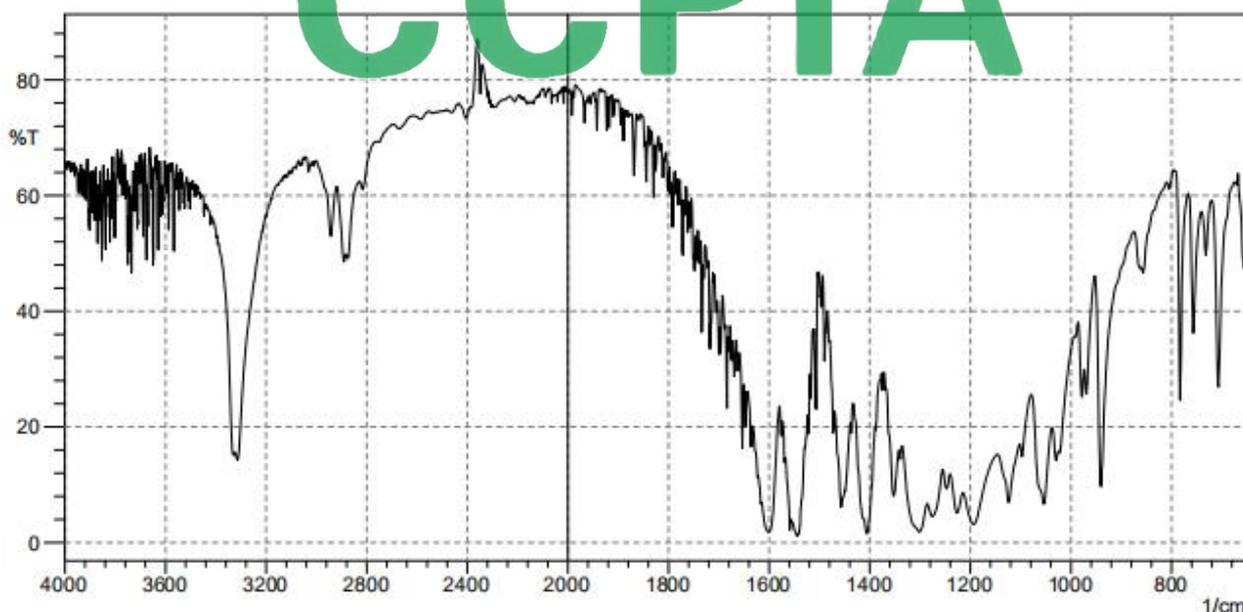


图1 3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪标样的红外光谱图

5.3.2 液相色谱法

高效液相色谱法——本鉴别试验可与3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪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3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪的色谱峰的保留时间，其相对差应在1.5%以内。

5.4 外观的测定

采用目测法测定。

5.5 3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪质量分数的测定

5.5.1 方法提要

试样用流动相溶解，以甲醇+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234 nm下对试样中的3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪进行高效液相色谱分离，外标法定量。

5.5.2 试剂和溶液

5.5.2.1 甲醇：色谱级。

5.5.2.2 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.5.2.3 3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.5.3 仪器

5.5.3.1 高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

5.5.3.2 色谱柱：150 mm×4.6 mm (i. d.) 不锈钢柱，内装 C_{18} 、5 μm 填充物(或具同等效果的色谱柱)。

5.5.3.3 过滤器：滤膜孔径约0.45 μm 。

5.5.3.4 定量进样管：5 μL 。

5.5.3.5 超声波清洗器。

5.5.4 高效液相色谱操作条件

5.5.4.1 流动相：体积比 ψ (甲醇:水)=15:85。

5.5.4.2 流速：0.8 mL/min。

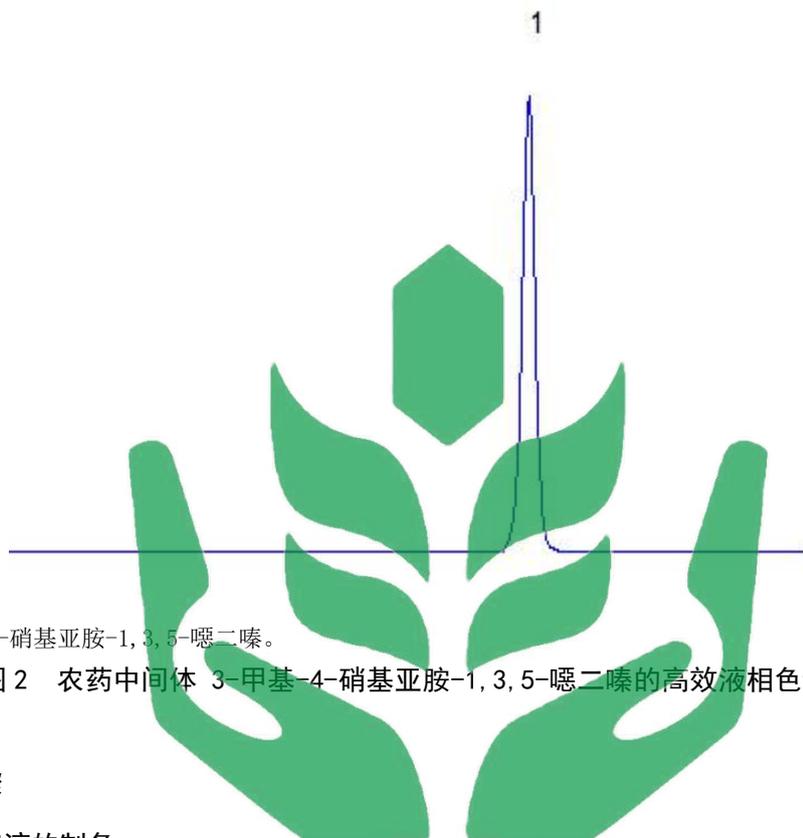
5.5.4.3 柱温：室温(温度变化应不大于2 $^{\circ}\text{C}$)。

5.5.4.4 检测波长：234 nm。

5.5.4.5 进样体积：5 μL 。

5.5.4.6 保留时间：3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪约5.2 min。

5.5.4.7 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3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪高效液相色谱图见图2。



说明:

1——3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪。

图2 农药中间体 3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪的高效液相色谱图

5.5.5 测定步骤

5.5.5.1 标样溶液的制备

称取3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪标样0.05 g (精确至0.0001 g) 于50 mL容量瓶中, 加40 mL流动相溶解, 在超声波槽里振荡3 min, 恢复至室温后, 用水定容、摇匀。用移液管移取上述溶液5 mL于25 mL容量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀。

5.5.5.2 试样溶液的制备

称取3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪0.05 g (精确至0.0001 g) 试样于50 mL容量瓶中, 加40 mL流动相溶解, 在超声波槽里振荡3 min, 恢复至室温后, 用水定容、摇匀。用移液管移取上述溶液5 mL于25 mL容量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀。

5.5.5.3 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3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪峰面积之和的相对变化小于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。

5.5.6 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3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪峰面积分别进行平均, 试样中3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪的质量分数按式(1)计算:

$$\omega_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times \omega}{A_1 \times m_2} \dots\dots\dots (1)$$

ω_1 ——3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪的质量分数，以%表示；

A_2 ——试样溶液中3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，单位为克（g）；

ω ——标样中3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪的质量分数，以%表示；

A_1 ——标样溶液中，3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪峰面积的平均值；

m_2 ——试样的质量，单位为克（g）。

5.5.7 允许差

3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪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 水分的测定

按 GB/T 6283—2008《化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法（通用方法）》进行。

5.7 熔点的测定

按 GB/T 21781—2008中“熔点的试验方法”的规定，用自动熔点仪测定样品终熔点。

6 检验规则

6.1 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。出厂检验项目为第4章技术指标中的所有项目。

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：

- 原料有较大改变，可能影响产品质量时；
- 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；
- 停产后又恢复生产时；
- 国家法定质量监管机构提出型式检验要求时。

6.3 判定规则

按第4章技术要求对产品进行出厂检验和型式检验，任一项目不符合指标要求判为该批次产品不合格。

7 标志、标签、包装、储运和验收期

7.1 标志、标签、包装

农药中间体3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪的标志、标签、包装应符合 GB 12463、GB 15258的规定；农药中间体3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪采用纸塑复袋内衬黑色塑料袋包装或用塑料容器包

装。每袋净重25kg或每桶净重200 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 12463、GB 15258的规定。

7.2 储运

农药中间体3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪包装件应储存在阴凉干燥通风、隔绝火源的库房中；运输时，应专车专用、轻卸轻放，防止暴晒、碰撞、雨淋、明火，不得与食品、种子、饲料等混装混运。

7.3 验收期

在规定的储运条件下，3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪的验收期从生产日期算起为6个月。验收期内，各项指标均应符合本文件要求。



附录 A
(资料性附录)

3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪的名称和结构式

3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪的名称和结构式如下：

名称：3-甲基-4-硝基亚胺-1,3,5-噁二嗪

CAS登录号：153719-38-1

分子式： $C_4H_6N_4O_3$

结构式：



相对分子质量：160.13

Pubchem：无熔点、溶解度和稳定性的信息，仅有计算属性（Computed Properties）

国际化学品安全卡：无

熔点：140.0 °C

溶解性：水中16 g/L (25 °C)

CCPIA