

# 团 体 标 准

T/CCPIA 097—2021

---

## 农药中间体 2-氯-5-氯甲基噻唑

Pesticide intermediate 2-chloro-5-chloromethylthiazole

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：河北德瑞化工有限公司、宁夏东吴农化有限公司、山东海利尔化工有限公司、河北野田农用化学有限公司、宁夏贝利特生物科技有限公司、上海市农药研究所有限公司。

本文件主要起草人：刘杨、刘天雁、储德勇、柳海营、李苹、余友成、吴根龙、葛家成、李晓静、靳惠娟、朱翠香。



CCPIA

# 农药中间体 2-氯-5-氯甲基噻唑

## 1 范围

本文件规定了2-氯-5-氯甲基噻唑的要求、试验方法、验收、验收期以及标志、标签、包装、储运。本文件适用于2-氯-5-氯甲基噻唑产品的质量控制，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：2-氯-5-氯甲基噻唑的其他名称、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/T 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 6680—2003 液体化工产品采样通则
- 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
- NY/T 1860.2—2016 农药理化性质测定试验导则 第2部分：酸(碱)度

## 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 技术指标

2-氯-5-氯甲基噻唑应符合表1要求。

表 1 农药中间体 2-氯-5-氯甲基噻唑控制项目指标

项 目	指 标
2-氯-5-氯甲基噻唑质量分数/%	≥99.0
水分/%	≤0.1
酸度(以 HCl 计)	≤0.3
2-氯-丙烯基异硫氰酸酯质量分数 <sup>a</sup> /%	≤0.15
<sup>a</sup> 正常生产时, 2-氯-丙烯基异硫氰酸酯每3个月至少测定一次。	

## 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 抽样

按 GB/T 6678-2003、GB/T 6680-2003 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 100g。

### 5.3 鉴别试验

#### 5.3.1 红外光谱法

农药中间体2-氯-5-氯甲基噻唑与2-氯-5-氯甲基噻唑标样在4000  $\text{cm}^{-1}$ ~400  $\text{cm}^{-1}$ 范围的红外吸收光谱图应没有明显区别。2-氯-5-氯甲基噻唑标样红外光谱图见图1。

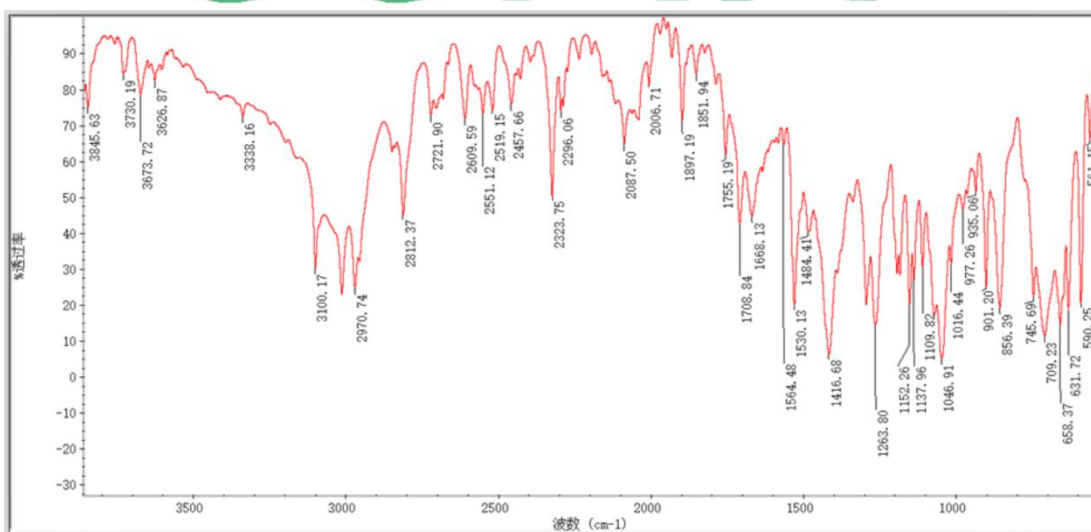


图1 2-氯-5-氯甲基噻唑标样的红外光谱图

### 5.3.2 液相色谱法

高效液相色谱法——本鉴别试验可与2-氯-5-氯甲基嘧啶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2-氯-5-氯甲基嘧啶色谱峰的保留时间，其相对差值应在1.5%以内。

### 5.4 2-氯-5-氯甲基嘧啶质量分数的测定

#### 5.4.1 方法提要

试样用乙腈溶解，乙腈和水为流动相，使用以  $C_{18}$  为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长 254 nm 下对试样中的 2-氯-5-氯甲基嘧啶进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 5.4.2 试剂和溶液

5.4.2.1 乙腈：色谱纯。

5.4.2.2 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.4.2.3 2-氯-5-氯甲基嘧啶标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

#### 5.4.3 仪器

5.4.3.1 高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

5.4.3.2 色谱柱：250 mm×4.6 mm (i. d.) 不锈钢柱，内装  $C_{18}$ 、5  $\mu\text{m}$  填充物(或具同等效果的色谱柱)。

5.4.3.3 定量进样管：5  $\mu\text{L}$ 。

5.4.3.4 超声波清洗器。

5.4.3.5 过滤器：滤膜孔径约 0.45  $\mu\text{m}$ 。

#### 5.4.4 高效液相色谱操作条件

5.4.4.1 流动相：体积比  $\psi_{(\text{乙腈:水})} = 60:40$ 。

5.4.4.2 流速：1.0 mL/min。

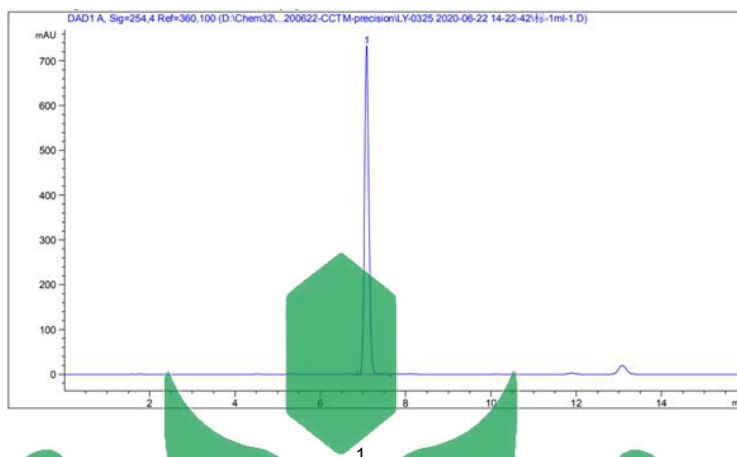
5.4.4.3 柱温：40  $^{\circ}\text{C}$ 。

5.4.4.4 检测波长：254 nm。

5.4.4.5 进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

5.4.4.6 保留时间：2-氯-5-氯甲基嘧啶约 7 min。

5.4.4.7 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 2-氯-5-氯甲基嘧啶高效液相色谱图见图 2。



说明:

1—2-氯-5-氯甲基嘧啶。

图 2 2-氯-5-氯甲基嘧啶的高效液相色谱图

#### 5.4.5 测定步骤

##### 5.4.5.1 标样溶液的制备

称取 2-氯-5-氯甲基嘧啶标样 0.05g(精确至 0.00001g)于 50ml 容量瓶中,加适量的乙腈溶解,在超声波槽里振荡 5min,恢复至室温后,用乙腈定容、摇匀,备用。

##### 5.4.5.2 试样溶液的制备

称取含 2-氯-5-氯甲基嘧啶 0.05g(精确至 0.00001g)试样于 50ml 容量瓶中,加适量的乙腈溶解,在超声波槽里振荡 5min,恢复至室温后,用乙腈定容、摇匀,备用

##### 5.4.5.3 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 2-氯-5-氯甲基嘧啶峰面积相对变化小于 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测定。

##### 5.4.5.4 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 2-氯-5-氯甲基嘧啶峰面积分别进行平均,试样中 2-氯-5-氯甲基嘧啶质量分数按式(1)计算:

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

式中:

$\omega_1$ ——试样中 2-氯-5-氯甲基嘧啶的质量分数,以%表示;

$A_2$ ——试样溶液中 2-氯-5-氯甲基嘧啶峰面积的平均值;

$m_1$ ——标样的质量,单位为克(g);

$\omega$ ——标样中 2-氯-5-氯甲基嘧啶的质量分数,以%表示;

$A_1$ ——标样溶液中 2-氯-5-氯甲基嘧啶峰面积的平均值;

$m_2$ ——试样的质量,单位为克(g)。

#### 5.4.6 允许差

2-氯-5-氯甲基噻唑质量分数两次平行测定结果之差应不大于 1.5%，取其算术平均值作为测定结果。

## 5.5 2-氯丙烯基异硫氰酸酯质量分数的测定

### 5.5.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以甲醇、乙腈和水为流动相，使用以  $C_{18}$  为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长 245 nm 下对试样中的 2-氯丙烯基异硫氰酸酯进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

### 5.5.2 试剂和溶液

5.5.2.1 乙腈：色谱纯。

5.5.2.2 甲醇：色谱级。

5.5.2.3 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.5.2.4 2-氯丙烯基异硫氰酸酯标样：已知质量分数， $\omega \geq 95\%$

### 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：250 mm×4.6 mm(i. d.) 不锈钢柱，内装  $C_{18}$ 、5  $\mu\text{m}$  填充物(或具同等效果的色谱柱)。

5.5.3.3 定量进样管：5  $\mu\text{L}$ 。

5.5.3.4 超声波清洗器。

5.5.3.5 过滤器：滤膜孔径约 0.45  $\mu\text{m}$ 。

### 5.5.4 高效液相色谱操作条件

5.5.4.1 流动相：体积比  $\psi$  (甲醇:乙腈:水)=10:40:50。

5.5.4.2 流速：1.0 mL/min。

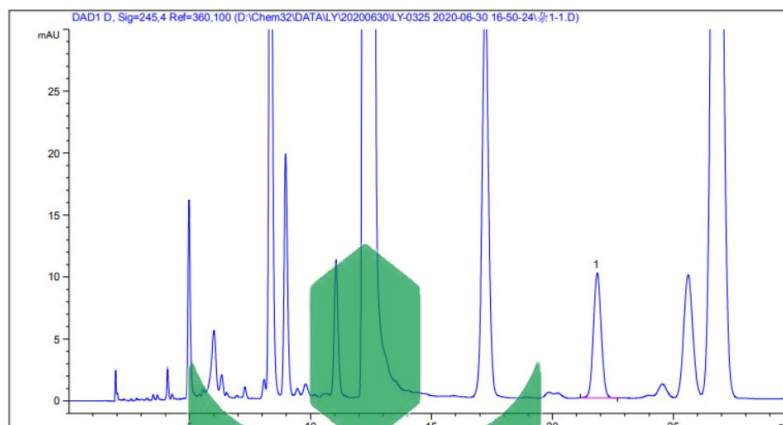
5.5.4.3 柱温：40  $^{\circ}\text{C}$ 。

5.5.4.4 检测波长：254 nm。

5.5.4.5 进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

5.5.4.6 保留时间：2-氯丙烯基异硫氰酸酯约 21.8 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 2-氯丙烯基异硫氰酸酯高效液相色谱图见图 3。



说明:

1——2-氯丙基异硫氰酸酯。

图3 2-氯丙基异硫氰酸酯的高效液相色谱图

### 5.5.5 测定步骤

#### 5.5.5.1 标样溶液的制备

称取 2-氯丙基异硫氰酸酯标样 0.05g (精确至 0.00001g) 于 50ml 容量瓶中, 加适量的乙腈溶解, 在超声波槽里振荡 5min, 恢复至室温后, 用乙腈定容、摇匀, 备用。

#### 5.5.5.2 试样溶液的制备

称取含 2-氯丙基异硫氰酸酯 0.05g (精确至 0.00001g) 试样于 50ml 容量瓶中, 加适量的乙腈溶解, 在超声波槽里振荡 5min, 恢复至室温后, 用乙腈定容、摇匀, 备用。

#### 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 2-氯丙基异硫氰酸酯峰面积相对变化小于 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测定。

#### 5.5.5.4 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 2-氯丙基异硫氰酸酯峰面积分别进行平均, 试样中 2-氯丙基异硫氰酸酯质量分数按式 (2) 计算:

$$\omega_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times \omega}{A_1 \times m_2} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$\omega_1$ ——试样中 2-氯丙基异硫氰酸酯的质量分数, 以 % 表示;

$A_2$ ——试样溶液中 2-氯丙基异硫氰酸酯峰面积的平均值;

$m_1$ ——标样的质量, 单位为克 (g);

$\omega$ ——标样中 2-氯丙基异硫氰酸酯的质量分数, 以 % 表示;

$A_1$ ——标样溶液中 2-氯丙基异硫氰酸酯峰面积的平均值;

$m_2$ ——试样的质量, 单位为克 (g)。



### 5.5.6 允许差

2-氯丙烯基异硫氰酸酯质量分数两次平行测定结果之相对偏差应不大于 20%，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 酸度值的测定

按 NY/T 1860.2—2016 进行。

## 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 章技术指标中除 2-氯丙烯基异硫氰酸酯以外的所有项目。

### 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:

- 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。

### 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、包装、储运和验收期

### 7.1 标志

农药中间体2-氯-5-氯甲基噻唑的包装上应标注有产品名称、商标、批号、净含量、生产厂家名称、厂址、生产日期、保质期等内容,或按照客户需求增加标识。包装标志应符合GB/T 191-2008规定。

### 7.2 包装

农药中间体2-氯-5-氯甲基噻唑采用清洁、干燥内衬塑料袋的编织袋或内衬保护层的铁桶或纸板桶包装。每袋或每桶净含量一般10kg、20kg、25kg、50kg。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 12463-2009规定。

### 7.3 储运

农药中间体2-氯-5-氯甲基嘧啶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。

### 7.4 验收期

由于产品自身容易形成有机盐。建议：在规定的运输和贮存条件下，2-氯-5-氯甲基嘧啶的验收期从生产日期算起：常温储存60天，10℃以下为90天，各项指标符合标准。



附录 A  
(资料性附录)

2-氯-5-氯甲基噻唑的其他名称、结构式和基本物化参数

2-氯-5-氯甲基噻唑的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

ISO 通用名称: 2-Chloro-5-chloromethylthiazole

CAS 登录号: 105827-91-6

化学名称: 2-氯-5-氯甲基噻唑

结构式:



CCPIA