

团体标准

T/CAPDA 058-2023

麦草畏副产工业盐——氯化钠

Dicamba by-product industrial salt of sodium chloride

2023-07-17 发布

2023-07-17 实施

中国农药发展与应用协会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020《标准化工导则 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。

本文件由中国农药发展与应用协会提出并归口。

本文件起草单位：沈阳沈化院测试技术有限公司、潍坊中农联合化工有限公司。

本文件主要起草人：侯松颀、刘立龙、王福江、郭静、蒋亚辉、王小松、高姗、袁洪霞、张琳、邢洪恩。

麦草畏副产工业盐——氯化钠

1 范围

本文件规定了麦草畏副产工业盐——氯化钠的技术要求、检验规则、包装、标识、运输、储存和用途，描述了麦草畏副产工业盐——氯化钠的试验方法。

本文件适用于麦草畏副产工业盐——氯化钠产品的质量控制。

注：麦草畏的其他名称、结构式和基本物化参数见附录 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/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 8618 制盐工业主要产品取样方法

GB/T 13025.3—2012 制盐工业通用试验方法 水分的测定

GB/T 13025.4 制盐工业通用试验方法 水不溶物的测定

GB/T 13025.5—2012 制盐工业通用试验方法 氯离子的测定

GB/T 13025.6—2012 制盐工业通用试验方法 钙和镁的测定

GB/T 13025.8—2012 制盐工业通用试验方法 硫酸根的测定

HJ 501—2009 水质 总有机碳的测定 燃烧氧化-非红外色散吸收法

HJ 812—2016 水质 可溶性阳离子的测定 离子色谱法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

麦草畏副产工业盐——氯化钠 Dicamba by-product industrial salt of sodium chloride

麦草畏原药生产过程中产生并经无害化处理后的氯化钠。

4 技术要求

4.1 外观

白色晶体，无可见的外来杂质。

4.2 技术指标

麦草畏副产工业盐——氯化钠的指标应符合表 1 要求。

表 1 麦草畏副产工业盐——氯化钠技术指标

项 目	指 标
氯化钠质量分数/%	≥ 98.5
水分/%	≤ 0.50
水不溶物/%	≤ 0.10
钙离子质量分数/%	≤ 0.15
镁离子质量分数/%	≤ 0.10
硫酸根质量分数/%	≤ 0.50
麦草畏质量分数/%	≤ 0.05
2,5-二氯苯酚质量分数/%	≤ 0.01
3,6-二氯水杨酸质量分数/%	≤ 0.01
总有机碳（简称 TOC）质量分数/%	≤ 0.01

5 试验方法

警告：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。

5.1 一般规定

本文件所用试剂在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂。

5.2 取样

按GB/T 8618规定执行，最终取样量应不少于1000 g。

5.3 定性鉴别试验

5.3.1 氯离子

本鉴别试验可与氯离子质量分数的测定同时进行。具体试验方法参照GB/T 13025.5-2012第3章。若产生白色沉淀，确定有氯离子的存在。

5.3.2 钠离子

色谱操作条件参照HJ 812-2016中8.1.1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钠离子标准溶液中主色谱峰的保留时间，相对差值应在1.5%以内。

5.4 外观

采用目测法进行。取适量样品置于洁净的烧杯中，置于白色 A4 纸上，在自然光线下，目测其色泽、组织形态、杂质。

5.5 氯化钠质量分数

5.5.1 氯离子质量分数的测定

按 GB/T 13025.5—2012 中第 3 章测定。

5.5.2 氯化钠质量分数的计算

氯化钠的质量分数按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{w_{Cl} \times 58.44}{35.45} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- w_1 ——氯化钠的质量分数，%；
- w_{Cl} ——氯离子的质量分数，%；
- 58.44——氯化钠的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）；
- 35.45——氯离子的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）。

5.6 水分

按 GB/T 13025.3-2012 中第 2 章进行。

5.7 水不溶物

按 GB/T 13025.4 进行。

5.8 钙离子质量分数

按 GB/T 13025.6 中第 3 章进行。

5.9 镁离子质量分数

按 GB/T 13025.6 中第 4 章进行。

5.10 硫酸根质量分数

按 GB/T 13025.8 中第 4 章进行。

5.11 麦草畏、3,6-二氯水杨酸和 2,5-二氯苯酚质量分数

5.11.1 方法提要

试样经超声提取后，以甲醇+磷酸二氢钾/磷酸水溶液为流动相，在波长220 nm下，使用紫外检测器对提取液中的麦草畏、3,6-二氯水杨酸和2,5-二氯苯酚进行液相色谱分离，外标法定量。

5.11.2 试剂和溶液

- 5.11.2.1 甲醇：色谱纯。
- 5.11.2.2 水：超纯水。
- 5.11.2.3 磷酸。

5.11.2.4 磷酸二氢钾/磷酸水溶液： $c(\text{KH}_2\text{PO}_4)=4\text{ mmol/L}$ ，1 L溶液中加入2 mL磷酸。

5.11.2.5 麦草畏标样：已知质量分数， $w\geq 99.0\%$ 。

5.11.2.6 3,6-二氯水杨酸标样：已知质量分数， $w\geq 99.0\%$ 。

5.11.2.7 2,5-二氯苯酚标样：已知质量分数， $w\geq 99.0\%$ 。

5.11.3 仪器

5.11.3.1 高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

5.11.3.2 色谱柱：250 mm×4.6 mm（内径）不锈钢柱，内装 C_{18} ，5 μm 填充物（或具同等效果的色谱柱）。

5.11.4 操作条件

5.11.4.1 流动相： ψ （甲醇：磷酸二氢钾/磷酸溶液）=60:40，用0.45 μm 滤膜过滤，超声10 min后备用。

5.11.4.2 柱温：30 $^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.11.4.3 检测波长：220 nm。

5.11.4.4 进样体积：10 μL 。

5.11.4.5 保留时间：麦草畏约8.0 min，3,6-二氯水杨酸约9.7 min，2,5-二氯苯酚约13.4 min。

5.11.4.6 5.11.4.1~5.11.4.5的操作参数是典型的，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。典型的麦草畏副产工业盐——氯化钠的液相色谱图见图1（麦草畏、3,6-二氯水杨酸和2,5-二氯苯酚质量分数的测定）。

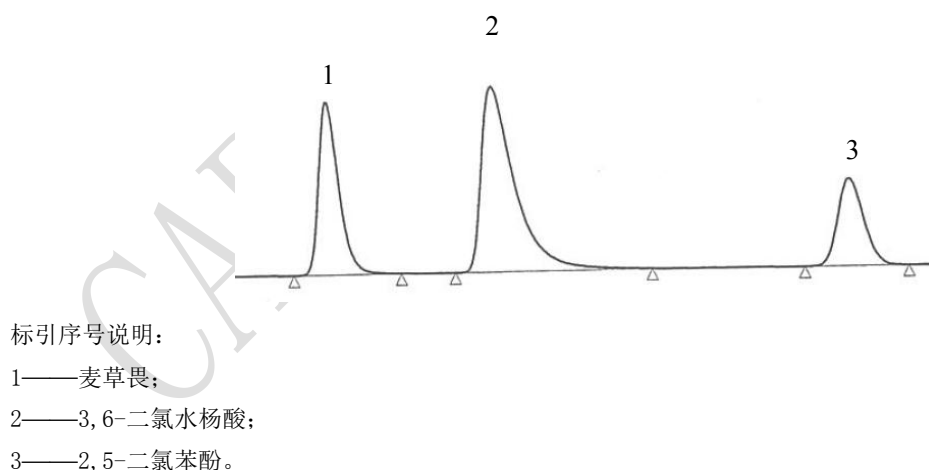


图1 麦草畏副产工业盐——氯化钠的液相色谱图（麦草畏、3,6-二氯水杨酸和2,5-二氯苯酚质量分数的测定）

5.11.5 测定步骤

5.11.5.1 标样溶液的制备

分别称取 0.10g（精确至 0.000 1 g）麦草畏、0.02 g（精确至 0.000 1 g）3,6-二氯水杨酸和 0.02 g（精确至 0.000 1 g）和 2,5-二氯苯酚标样，置于 100 mL 容量瓶中，加入 30 mL 甲醇，超声振荡 5 min，

冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀。取 1 mL 上述标准溶液于 10 mL 容量瓶，用甲醇稀释至刻度，摇匀。

5.11.5.2 试样溶液的制备

称取约 10 g（精确至 0.000 1 g）样品，置于具塞锥形瓶中，加入 50 mL 甲醇。盖紧瓶塞后超声提取 30 min，用 0.45 μm 滤膜过滤并装瓶待测。

5.11.5.3 测定

在 5.11.4 的操作条件下，待仪器基线稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针麦草畏、3,6-二氯水杨酸和 2,5-二氯苯酚的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。

5.11.6 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的麦草畏（3,6-二氯水杨酸/2,5-二氯苯酚）峰面积分别进行平均，试样中麦草畏（3,6-二氯水杨酸/2,5-二氯苯酚）的质量分数按公式(2)计算：

$$w_2 = \frac{A_2 \times m_1 \times w}{A_1 \times m_2 \times n} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

w_2 ——试样中麦草畏（3,6-二氯水杨酸/2,5-二氯苯酚）的质量分数，%；
 A_2 ——试样溶液中，麦草畏（3,6-二氯水杨酸/2,5-二氯苯酚）峰面积的平均值；
 m_1 ——麦草畏（3,6-二氯水杨酸/2,5-二氯苯酚）标样的质量的数值，单位为克(g)；
 w ——标样中麦草畏（3,6-二氯水杨酸/2,5-二氯苯酚）的质量分数，%；
 A_1 ——标样溶液中，麦草畏（3,6-二氯水杨酸/2,5-二氯苯酚）峰面积的平均值；
 m_2 ——试样的质量的数值，单位为克(g)。
 n ——标样的稀释倍数， $n=20$ 。

5.12 TOC 质量分数

称取一定质量的试样，用超纯水超声溶解。将试样溶液稀释后，按照HJ 501-2009直接法进行TOC的测定。

试样中TOC的质量分数按公式（3）计算：

$$w_3 = \frac{X \times D \times V}{m} \times 10^{-4} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

w_3 ——样品中TOC的质量分数，%；
 X ——TOC的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；
 D ——试样溶液的稀释倍数；
 V ——试样溶液的体积，单位为毫升（mL）；
 m ——试样的质量的数值，单位为克（g）。

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章中氯化钠质量分数、水分、麦草畏质量分数、3,6-二氯水杨酸质量分数和2,5-二氯苯酚质量分数。

6.2 型式检验

型式检验项目为第4章中全部检验项目,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) 国家质量监管机构提出型式检验要求时。

6.3 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,则判为该批次产品不合格。

7 包装、标识、运输、储存和用途

麦草畏副产工业盐——氯化钠出厂时应带防水包装,不得散装。包装上注明产品名称(类别)、生产单位、本标准编号,并在醒目位置标注“禁止食用”字样。

运输时应有遮盖物,不得与能导致产品污染的货物混装。

产品存放要防止灰尘及其他杂物的污染、防止雨淋。

产品可用于工业用原料,禁止用于食用及食品加工、畜牧、水产养殖、医药等领域。

附 录 A

(资料性)

麦草畏的其他名称、结构式和基本物化参数

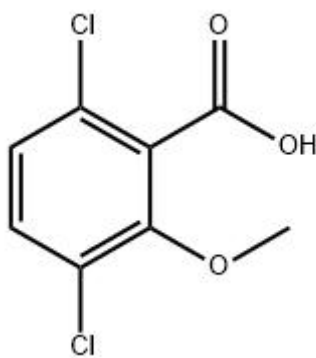
麦草畏的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——ISO通用名称：Dicamba；

——CAS登录号：1918-00-9；

——化学名称：3,6-二氯-2-甲氧基苯甲酸；

——结构式：



——分子式：C₈H₆Cl₂O₃；

——相对分子质量：221.04；

——熔点：112 ℃~116 ℃；

——生物活性：除草；

——沸点：316.96 ℃；

——相对密度：1.57；

——折射率：1.5000；

——蒸气压(100 ℃)：0.5 mPa；

——溶解度(25 ℃)：乙醇中922g/L，异丙醇中760g/L，丙酮中810g/L，甲苯中130g/L，二氯甲烷中260g/L，二噁烷中1180g/L，水中6.5g/L；

——稳定性：在环境条件下化学性质稳定。