

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG 2201—91

扑 草 净 原 药

1991-11-18 发布

1992-07-01 实施

中华人民共和国化学工业部 发 布

扑 草 净 原 药

1 主题内容与适用范围

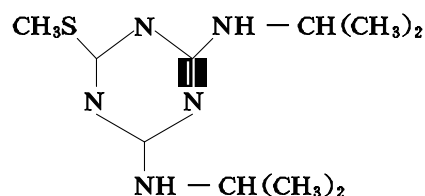
本标准规定了扑草净原药的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存要求。

本标准适用于扑草净原药。

有效成分：扑草净

化学名称：4,6-双异丙胺基-2-甲硫基均三嗪

结构式：



分子式： $C_{10}H_{19}N_6S$

相对分子质量：241.36(按1987年国际相对原子质量)

2 引用标准

GB 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB 1605 商品农药采样方法

GB 3796 农药包装通则

3 技术要求

3.1 外观：白色至灰白色或黄色粉粒，无可见外来杂质。

3.2 扑草净原药还应符合下表指标要求。

		% (m/m)		
项 目		指 标		
		优级品	一级品	合格品
扑草净含量	≥	95.0	90.0	80.0
加热减量	≤	2.0	3.0	4.0
氯化钠含量	≤	2.0	3.0	4.0

中华人民共和国化学工业部 1991-11-18 批准

1992-07-01 实施

4 试验方法

4.1 扑草净含量的测定(仲裁法)

4.1.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解,以三唑酮为内标物,用 3%聚乙二醇 20 000/Gas chrom Q 为填充物的色谱柱,对扑草净进行分离和定量。

4.1.2 试剂和溶液

三氯甲烷(GB 682);

聚乙二醇 20 000;气相色谱固定液;

Gas chrom Q:150~180 μ m(80~100 目),气相色谱用载体;

内标溶液:20g/L 三唑酮三氯甲烷溶液;

扑草净标样:已知含量, $\geq 99.0\%$ (m/m);

三唑酮:含量 $\geq 95\%$ (m/m),无干扰分析的杂质。

4.1.3 仪器

气相色谱仪:具有火焰离子化检测器;

色谱柱:长 1.8~2.0m,内径 4mm,内装 3%聚乙二醇 20 000/Gas chrom Q(150~180 μ m)填充物的不锈钢柱;

载气:氮气,氮含量大于 99.99%,尽量过滤掉其中的氧和水;

微量进样器:10 μ L。

4.1.4 操作步骤

4.1.4.1 色谱柱的制备

4.1.4.1.1 固定液的涂渍

称取 0.45g 聚乙二醇 20 000 于 160mL 烧杯中,加入约 45mL 三氯甲烷(以恰好浸没载体为宜),搅拌使之完全溶解。将已称好的 15.0g 载体一次倒入上述烧杯中,将烧杯放在约 60℃的水浴中,并不时轻轻摇动烧杯使之混合均匀。待溶剂挥发近干,将烧杯置于 100℃烘箱中,干燥 1h。

4.1.4.1.2 色谱柱的填充

将洗干净的色谱柱入口端连接一小漏斗,出口端裹以纱布后,用橡皮管与真空泵相连。开启真空泵,由漏斗处分次倒入柱填充物,同时不断轻敲柱壁,使填充物紧密均匀地装满色谱柱,然后在柱两端各塞入一小团玻璃棉,并适当压紧。

4.1.4.1.3 色谱柱的老化

将色谱柱入口端与气化室相连,出口端暂不接检测器,以约 20mL/min 的载气流速,分阶段升温至 210℃,并在此温度下,至少老化 24h。

4.1.4.2 气相色谱仪操作条件

温度:

柱室 200 ± 5 ℃;

汽化室 230℃;

检测器 230℃。

气体流速:

载气 80mL/min;

氢气 40mL/min;

空气 400mL/min。

进样量:

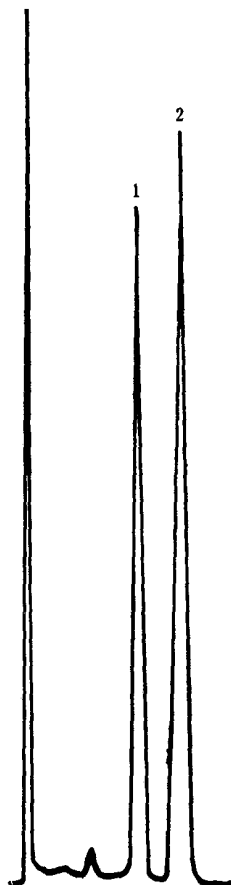
0.6 μ L。

保留时间：

扑草净 13min；

三唑酮 18min。

上述气相色谱操作条件，系典型操作参数。可根据仪器的特点，对操作参数作适当调整，以获得最佳效果。



扑草净气相色谱图

1—扑草净；2—三唑酮

4.1.4.3 标样溶液和试样溶液的制备

4.1.4.3.1 标样溶液

称取扑草净标样 0.10g，精确至 0.000 1g，于具盖小玻璃瓶中，用移液管加入 5.0mL 内标溶液，摇匀。

4.1.4.3.2 试样溶液

称取约含 0.10g 扑草净研细混匀的试样，精确至 0.000 1g，于具盖小玻璃瓶中，用移液管加入 5.0mL 内标溶液，充分摇匀，静置，取上层清液进样，必要时进行过滤。

4.1.4.4 测定

在选定的色谱条件下，待仪器稳定后，重复注入扑草净标样溶液，直至相邻两次进样的扑草净与内标物峰高比(或峰面积比)的相对偏差小于 0.6% 为止。然后按下列顺序进样分析：

- a. 标样溶液；
- b. 试样溶液；
- c. 试样溶液；
- d. 标样溶液。

4.1.4.5 计算

根据 a、b、c、d 四次进样的色谱图,分别求出 a、d 和 b、c 扑草净与内标物峰高比(或峰面积比)的平均值。

扑草净的质量百分含量(X_1)按式(1)进行计算:

$$X_1 = \frac{\bar{r}_1 \cdot m_2 \cdot P}{\bar{r}_2 \cdot m_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中: \bar{r}_1 ——b、c 两次进样试样溶液扑草净与内标物峰高比(或峰面积比)的平均值;

\bar{r}_2 ——a、d 两次进样标样溶液扑草净与内标物峰高比(或峰面积比)的平均值;

m_1 ——试样的质量, g;

m_2 ——标样的质量, g;

P ——标样的纯度, % (m/m)。

4.1.5 允许差

本方法两次平行测定结果之差应不大于 1.5%。

4.2 加热减量的测定

4.2.1 仪器

称量瓶:高 30mm,直径 50mm;

烘箱:90±2℃;

干燥器。

4.2.2 操作步骤

称取 2.5g 研细的试样,精确至 0.001g,于已烘至恒重的称量瓶中,铺平。将称量瓶和瓶盖分开置于烘箱中,烘约 2h 后,盖上盖,取出放入干燥器中,冷却至室温后称量。重复烘干,烘干至相邻两次称量之差小于 0.01g。

4.2.3 计算

以质量百分数表示的加热减量(X_2)按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{m_3 - m_4}{m_5} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中: m_3 ——烘干前试样和称量瓶的质量, g;

m_4 ——烘干后试样和称量瓶的质量, g;

m_5 ——称取试样的质量, g。

4.3 氯化钠含量的测定

4.3.1 试剂和溶液

丙酮(GB 686);

硫酸溶液:约 50%(V/V);

盐酸标准溶液, $c(\text{HCl})=0.1\text{mol/L}$,按 GB 601 中 4.2 条制备和标定;

硝酸银标准滴定溶液, $c(\text{AgNO}_3)=0.1\text{mol/L}$,按 GB 601 中 4.2.1 条制备和标定。

4.3.2 仪器

电位滴定仪:读数精确到 2mV;

电极:银-217 型甘汞电极,带硝酸钾盐桥。

4.3.3 分析步骤

称取 2.0g 试样,精确至 0.000 1g,于 400mL 烧杯中,用 50mL 丙酮溶解,加入 200mL 水,用硫酸将溶液酸化至 pH 值 1~2,精确加约 2mL 盐酸标准溶液,用硝酸银标准滴定溶液进行电位滴定。

4.3.4 计算

氯化钠的百分含量(X_3)按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{0.0585(V_1c_1 - V_2c_2) \times 100}{m_6} = \frac{5.85(V_1c_1 - V_2c_2)}{m_6} \dots\dots\dots (3)$$

式中: c_1 ——硝酸银标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

c_2 ——盐酸标样溶液的实际浓度, mol/L;

V_1 ——滴定时,消耗硝酸银标准滴定溶液的体积, mL;

V_2 ——加入试样溶液中的盐酸标准溶液的实际体积, mL;

m_6 ——试样的质量, g;

0.0585——与 1.00mL 硝酸银标准滴定溶液 [$c(\text{AgNO}_3) = 1.000\text{mol/L}$] 相当的,以克表示的氯化钠 (NaCl) 的质量。

5 检验规则

5.1 扑草净原药应由生产厂的质量监督检验部门按本标准进行检验。生产厂应保证所有出厂的扑草净原药都符合本标准要求。

5.2 使用单位有权按照本标准的各项规定检验所收到的扑草净原药的质量是否符合本标准要求。

5.3 取样方法按照 GB 1605 中的原药采样方法进行。所取样品应分装两瓶,一瓶送交质量监督检验部门检验,一瓶封存。

5.4 检验结果中,当有指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装件中取样检验。重新检验的结果,即使只有一项指标不符合本标准要求,则整批扑草净原药为不合格产品。

5.5 当供需双方对质量发生争议时,可通过双方协商解决,或由法定的检验机构,按本标准规定的检验方法进行仲裁分析。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 扑草净原药的标志和包装应符合 GB 3796 中的有关规定。

6.2 贮运时,应严防潮湿和日晒,保持良好通风,不得与食物、种子和饲料混放,避免与皮肤接触,防止由口鼻吸入。

附 录 A
扑草净含量气相色谱测定方法
(补充件)

A1 方法提要

试样用二甲基甲酰胺溶解,以邻苯二甲酸二正戊酯为内标物,用 5%XE-60/chromosorb WAW DMCS 为填充物的色谱柱,对扑草净进行分离和定量。

A2 试剂和仪器

二甲基甲酰胺(辽 Q 988—84);

内标溶液:24g/L 邻苯二甲酸二正戊酯二甲基甲酰胺溶液;

扑草净标样:已知含量, $\geq 99.0\%$ (m/m);

内标物:邻苯二甲酸二正戊酯,含量 $\geq 99\%$,经气相色谱分析无干扰物;

气相色谱仪:具有火焰离子化检测器;

色谱柱:长 2m,内径 4mm,内装 5%XE-60/chromosorb WAW DMCS 150~180 μ m 填充物的不锈钢柱;

微量进样器:10 μ L。

A3 色谱操作条件

温度:

柱室 212℃;

汽化室 250℃;

检测器 250℃。

气体流速:

载气(N₂) 20mL/min;

氢气 30mL/min;

空气 500mL/min。

进样量:

1 μ L。

保留时间:

扑草净 5.5min;

邻苯二甲酸二正戊酯 9.5min。

上述气相色谱操作条件,系典型操作参数,可根据仪器的特点,对操作参数作适当调整,以获得最佳效果。

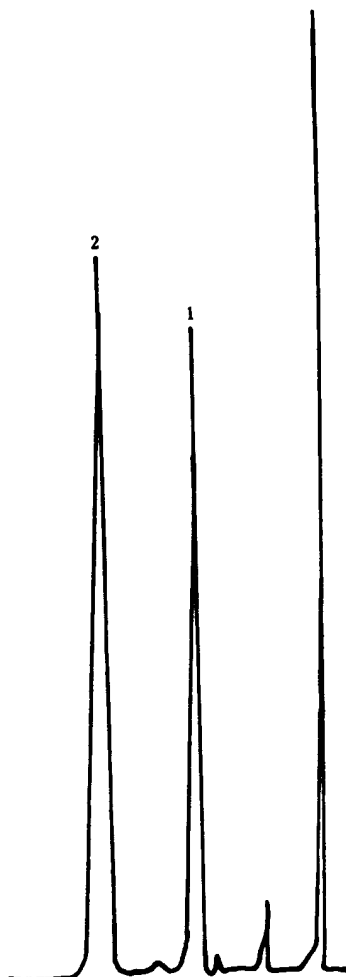


图 A1 扑草净气相色谱图
1—扑草净;2—邻苯二甲酸二正戊酯

A4 标样溶液和试样溶液的制备

称取约含 0.10g 扑草净的标样和研细混匀的试样,精确至 0.000 1g,分别置于具盖的小玻璃瓶中,各瓶中分别用移液管加入 5.0mL 内标溶液,充分摇匀,静置。取上层清液进样,必要时进行过滤。

A5 测定步骤

在选定条件下,待仪器稳定后重复注入标样溶液,直到相邻两次进样扑草净与内标物的峰高比的相对偏差小于 0.6%为止。然后,按下列顺序进样分析:

- a. 标样溶液;
- b. 试样溶液;
- c. 试样溶液;
- d. 标样溶液。

A6 计算

扑草净的质量百分含量(X_4)按式(A1)计算:

$$X_4 = \frac{\bar{r}_3 \cdot m_2 \cdot P}{\bar{r}_4 \cdot m_1} \dots\dots\dots (A1)$$

式中： \bar{r}_3 ——b、c 两次进样试样溶液扑草净与内标物峰高比的平均值；

\bar{r}_4 ——a、d 两次进样标样溶液扑草净与内标物峰高比的平均值；

m_1 ——试样的质量，g；

m_2 ——标样的质量，g；

P ——标样纯度，%(m/m)。

A7 允许差

本方法两次平行测定结果之差应不大于 1.5%。

附加说明：

本标准由中华人民共和国化学工业部科技司提出。

本标准由化学工业部沈阳化工研究院技术归口。

本标准由化学工业部沈阳化工研究院负责起草。吉化公司农药厂参加起草。

本标准主要起草人吴奇、王玉凡、张雪冰、王世燕、王凤芹、郑太永。