

中华人民共和国化工行业标准

HG 2206—91

甲 霜 灵 原 药

1 主题内容与适用范围

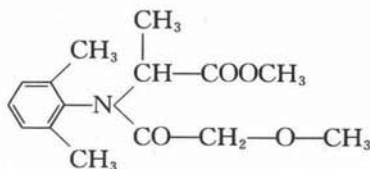
本标准规定了甲霜灵原药的技术要求、检验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存要求。

本标准适用于由 N-(2,6-二甲苯基)-氨基丙酸甲酯和甲氧基乙酰氯缩合而成的甲霜灵原药。

有效成分:甲霜灵

化学名称:N-(2,6-二甲苯基)-N-(2-甲氧基乙酰基)-DL-氨基丙酸甲酯

结构式:



分子式: $C_{15}H_{21}NO_4$

相对分子质量: 279.34 (按 1987 年国际相对原子质量)

2 引用标准

GB 190 危险货物包装标志

GB 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB 603 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备

GB 1605 商品农药采样方法

3 技术要求

3.1 外观:黄色至棕色固体。

3.2 甲霜灵原药还应符合下列技术要求:

		% (m/m)		
项 目		指 标		
		优级品	一级品	合格品
甲霜灵含量	$\geq$	90.0	85.0	80.0
酸度(以 H_2SO_4 计)	$\leq$	—	0.30	—
丙酮不溶物 ¹⁾	$\leq$	—	0.30	—

注: 1) 为型式检验项目。

中华人民共和国化学工业部 1991-11-18 批准

1992-07-01 实施

4 检验方法

4.1 甲霜灵含量的测定

4.1.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以邻苯二甲酸二丁酯作内标物,用氢火焰离子化检测器,在5%环己烷二甲醇丁二酸聚酯柱上,对甲霜灵原药进行分离和测定。

4.1.2 试剂和溶液

甲霜灵标准品:已知含量 $\geq 99.0\%$;

固定液:环己烷二甲醇丁二酸聚酯(进口);

内标物:邻苯二甲酸二丁酯;

载体:Chromosorb W/AW-DMCS,粒径 $180\sim 250\mu\text{m}$ 或上试102白色硅烷化担体,粒径 $180\sim 250\mu\text{m}$;

丙酮(GB 686);

三氯甲烷(GB 682)。

4.1.3 仪器

气相色谱仪:氢火焰离子化检测器;

色谱柱:长 $1\,000\text{mm}$ 、内径 3mm 玻璃柱(或不锈钢柱),内装5%环己烷二甲醇丁二酸聚酯/Chromosorb W/AW-DMCS,粒径 $180\sim 250\mu\text{m}$ (或上试102白色硅烷化担体,粒径 $180\sim 250\mu\text{m}$)填充物;

微量注射器: $1\mu\text{L}$ 。

4.1.4 操作步骤

4.1.4.1 色谱柱的制备

a. 固定液的涂渍:准确称取 0.2g 环己烷二甲醇丁二酸聚酯,溶于 16mL 三氯甲烷中,然后加入 4g Chromosorb W/AW-DMCS,轻轻摇动,使载体完全浸没于三氯甲烷中,待干燥后,放入 100°C 烘箱中烘 1h 。

b. 色谱柱的填充:将洗净干燥的色谱柱入口端接一玻璃漏斗,出口端包以纱布后,通过橡皮管与真空泵连接。开启真空泵,从漏斗端徐徐加入已制备好的填充物,不断轻轻振动色谱柱,待填充物紧密均匀地填满后,取下色谱柱,在柱出、入口端分别塞一小团玻璃棉。

c. 色谱柱的老化:将色谱柱的入口端与气相色谱的汽化室连接,出口端暂不接检测器,以约 20mL/min 的流速通载气,于 240°C 柱温下,保持 24h 。降温后,将柱出口端与检测器相连。

4.1.4.2 气相色谱操作条件

温度:

柱室 205°C ;

汽化室 250°C ;

检测室 250°C 。

气体流速:

载气(N_2) 40mL/min ;

氢气 50mL/min ;

空气 500mL/min 。

记录纸速度:

4mm/min 。

进样体积:

$0.2\mu\text{L}$ 。

保留时间:

- 甲霜灵 约 7min;
 内标物 约 5min;
 1 号杂质 约 3min;
 2 号杂质 约 4min;
 3 号杂质 约 10min。

上述操作条件,系在 GC-9A 气相色谱仪上的操作参数。可根据仪器特点,对操作参数作适当的调整,以获最佳效果。

4.1.4.3 标准溶液和试样溶液的制备

标准溶液:称取含甲霜灵 0.12g,精确至 0.000 1g 的标准品,邻苯二甲酸二丁酯 0.10g,精确至 0.000 1g,置于清洁、干燥的具塞玻璃瓶中,用 3mL 丙酮溶解、摇匀、备用。

试样溶液:称取含甲霜灵 0.12g,精确至 0.000 1g 的原药试样,邻苯二甲酸二丁酯 0.10g,精确至 0.000 1g,置于清洁、干燥的具塞玻璃瓶中,用 3mL 丙酮溶解、摇匀、待测。

4.1.4.4 测定

在上述气相色谱条件上,待仪器稳定后,注入数针标准溶液,直至相邻两针的峰面积比基本稳定(变化不大于 1.2%)后,按下列顺序进样分析:

- a. 标准溶液;
- b. 试样溶液;
- c. 试样溶液;
- d. 标准溶液。

4.1.4.5 计算

根据 a、d 两针标准溶液色谱图甲霜灵和内标物的峰面积的平均值,计算出甲霜灵的校正因子 f :

$$f = \frac{m_i \cdot \bar{A}_s \cdot w}{m_s \cdot \bar{A}_i} \dots\dots\dots (1)$$

式中: m_i 、 m_s ——分别为标准溶液中甲霜灵和内标物的质量,g;

$\bar{A}_i$ 、 $\bar{A}_s$ ——分别为两针标准溶液色谱图上甲霜灵和内标物的峰面积的平均值,mm²;

w ——甲霜灵标准品的百分含量。

b、c 两针试样溶液色谱图甲霜灵和内标物的峰面积的平均值,计算出甲霜灵的百分含量 X_1 :

$$X_1 = \frac{f \cdot m_s \cdot \bar{A}_i}{m_i \cdot \bar{A}_s} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中: f ——甲霜灵的校正因子;

m_i 、 m_s ——分别为试样溶液中甲霜灵和内标物的质量,g;

$\bar{A}_i$ 、 $\bar{A}_s$ ——分别为两针试样溶液色谱图上甲霜灵和内标物的峰面积的平均值,mm²。

4.1.4.6 允许差

本方法两次平行测定结果之差,应不大于 1.5%。

4.2 酸度的测定

4.2.1 试剂和溶液

丙酮(GB 686);

氢氧化钠(GB 629)标准溶液: $c(\text{NaOH})=0.02\text{mol/L}$,按 GB 601 进行配制与标定后再稀释之。

溴甲酚绿:1g/L 乙醇溶液,按 GB 603 配制。

4.2.2 测定步骤

称取试样 1g, 精确至 0.000 1g, 置于 250mL 锥形瓶中, 加入 50mL 丙酮, 使试样溶解后, 再加入 50mL 蒸馏水, 摇匀, 加入 5 滴溴甲酚绿指示剂, 用氢氧化钠标准溶液滴定至草绿色即为终点。同时做一空白测定。

4.2.3 计算

甲霜灵原药酸度的百分含量 X_2 按式(3)计算:

$$X_2 = \frac{c \cdot (V_1 - V_2) \times 0.049}{m} \times 100 \quad (3)$$

式中: c ——氢氧化钠标准溶液的浓度, mol/L;

V_1 ——滴定试样消耗氢氧化钠标准溶液的体积, mL;

V_2 ——滴定空白消耗氢氧化钠标准溶液的体积, mL;

m ——甲霜灵原药的称样量, g;

0.049——与 1.00mL 氢氧化钠标准溶液 [$c(\text{NaOH}) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的, 以克表示的硫酸的质量。

4.3 丙酮不溶物的测定

4.3.1 仪器和试剂

G4 玻璃砂芯坩埚;

吸滤瓶: 500mL;

丙酮(GB 686)。

4.3.2 测定步骤

将 G4 砂芯坩埚洗净, 烘干至恒重, 精确至 0.000 1g, 然后, 装在 500mL 吸滤瓶上, 称取 10g 试样, 精确至 0.000 1g, 于 100mL 烧杯中, 加入 50mL 丙酮, 摇动烧杯, 使能溶于丙酮的固体完全溶解后, 全部转移至坩埚中, 在真空中抽滤, 用 100mL 丙酮分三次洗涤坩埚, 抽干, 将坩埚取下, 放入 110℃ 烘箱中烘至恒重, 精确至 0.000 1g。丙酮不溶物百分含量 X_3 按式(4)计算:

$$X_3 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \quad (4)$$

式中: m_1 ——恒重后的砂芯坩埚质量, g;

m_2 ——恒重后坩埚和丙酮不溶物的总质量, g;

m ——称样量, g。

5 检验规则

5.1 甲霜灵原药应由生产厂质量检验部门进行检验, 生产厂应保证所有出厂的甲霜灵原药都符合本标准要求。每批甲霜灵原药出厂时, 都应附有一定格式的质量证明书。

5.2 用户有权按照标准的各项规定, 核验所收到的甲霜灵原药质量, 是否符合本标准要求。

5.3 取样方法应按 GB 1605 进行; 将所取样品 200g 混合均匀后, 装入两个清洁、干燥具磨口塞的玻璃瓶中。瓶上粘贴标签, 注明生产厂名称、产品名称、批号、取样日期, 一瓶做检验用, 一瓶送交质量监督检验部门贮存, 以备仲裁之用。

5.4 检验结果, 若有的指标不符合本标准要求时, 应重新自两倍量的包装桶中取样检验。重新检验的结果, 即使只有一项指标不符合本标准要求, 则整批甲霜灵原药不能验收。

5.5 当供需双方对产品质量发生争议时, 可由双方协商解决; 或选定仲裁机构, 按本标准规定的方法进

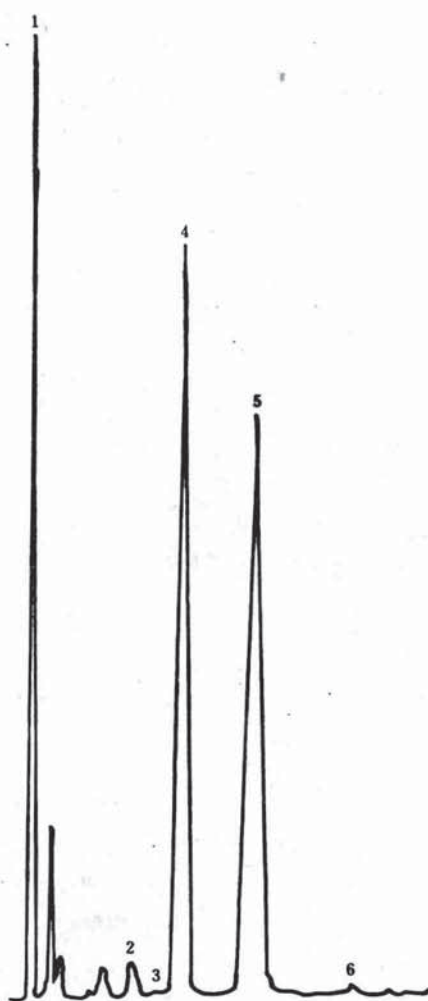


图 1 甲霜灵原药气相色谱图

1—溶剂；2—1 号杂质；3—2 号杂质；4—内标；5—甲霜灵；6—3 号杂质

行仲裁检验。

5.6 丙酮不溶物至少每月检验一次。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 甲霜灵原药用镀锌铁桶包装，每桶净重 50kg。

6.2 包装桶上要有牢固的标志。内容包括：生产厂名称、产品名称、批号、生产日期、净重、产品标准编号、准产证(或生产许可证)编号和符合 GB 190 中规定的“有毒品”标志及产品符合本标准要求的质量证明。

6.3 贮运时，必须严防雨淋、日晒，保持通风良好，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归口。

本标准由化学工业部沈阳化工研究院负责起草。

本标准主要起草人梁琴英、武铁军、杨蓉珠、毛荣华。