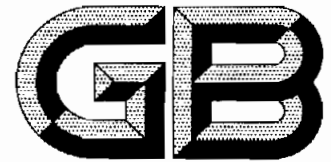


ICS 65.100.20
G 25



中华人民共和国国家标准

GB 22177—2008

二甲戊灵原药

Pendimethalin technical

2008-07-11 发布

2009-01-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准的第3章、第5章为强制性的,其余为推荐性的。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会(CSBTC/TC 133)归口。

本标准负责起草单位:沈阳化工研究院。

本标准参加起草单位:山东华阳科技股份有限公司、江苏龙灯化学有限公司。

本标准主要起草人:张丕龙、侯春青、朱凤霞、冯秀珍、李鹏。

本标准委托全国农药标准化技术委员会秘书处负责解释。

二甲戊灵原药

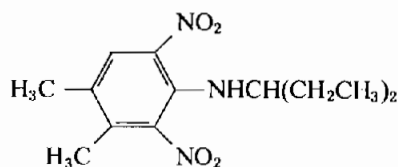
该产品有效成分二甲戊灵的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO 通用名称：pendimethalin

CIPAC 数字代号：357

化学名称：N-(1-乙基丙基)-2,6-二硝基-3,4-二甲基苯胺

结构式：



实验式： $C_{13}H_{19}N_3O_4$

相对分子质量：281.3（按 2005 国际相对原子质量计）

生物活性：除草

熔点：54 °C~58 °C

蒸气压(25 °C)： 4.0×10^{-3} Pa

溶解度(26 °C, g/L)：水 3.0×10^{-4} (20 °C)、丙酮 700、玉米油 148、异丙醇 77、二甲苯 628、庚烷 138，易溶于苯、甲苯、三氯甲烷和二氯甲烷，微溶于石油醚和汽油中

稳定性：在 5 °C~130 °C 稳定，水中 $DT_{50} < 21$ d，对酸、碱稳定，土壤中 DT_{50} 为 30 d~90 d，见光慢慢分解

1 范围

本标准规定了二甲戊灵原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由二甲戊灵和生产中产生的杂质组成的二甲戊灵原药。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 1600 农药水分测定方法

GB/T 1601 农药 pH 值的测定方法

GB/T 1604 商品农药验收规则

GB/T 1605—2001 商品农药采样方法

GB 3796 农药包装通则

GB/T 19138 农药丙酮不溶物测定方法

3 要求

3.1 外观：本品应为棕黄色至桔黄色结晶粉末，无可见的外来物和填加的改性剂。

3.2 二甲戊灵原药应符合表 1 要求。

表 1 二甲戊灵原药质量控制项目指标

项 目	指 标
二甲戊灵质量分数/%	≥ 95.0
水分/%	≤ 0.5
pH 值范围	4.0~8.0
丙酮不溶物/% ^a	≤ 0.5
^a 丙酮不溶物试验在正常生产情况下,每 3 个月至少检验一次。	

4 试验方法

4.1 抽样

按 GB/T 1605—2001 中“商品原药采样”方法进行。用随机数表法确定抽样的包装件;最终抽样量应不少于 100 g。

4.2 鉴别试验

4.2.1 液相色谱法——本鉴别试验可与二甲戊灵含量的测定同时进行。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二甲戊灵的色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

4.2.2 气相色谱法——本鉴别试验可与二甲戊灵含量的测定同时进行。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二甲戊灵的色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

4.3 二甲戊灵质量分数的测定

4.3.1 液相色谱法(仲裁法)

4.3.1.1 方法提要

试样用流动相溶解,以乙腈+水为流动相,使用 ODS(C18)为填充物的不锈钢柱和紫外检测器,对试样中的二甲戊灵进行反相液相色谱分离和测定。

4.3.1.2 试剂和溶液

乙腈:色谱纯;

水:二次蒸馏水;

二甲戊灵标样:已知质量分数 $w \geq 99.0\%$ 。

4.3.1.3 仪器

液相色谱仪:具有紫外可变波长检测器和定量进样阀;

色谱数据处理机或色谱工作站;

色谱柱:200 mm × 4.6 mm(i. d.)不锈钢柱,内装 Hypersil ODS 5 μm 填充物(或具有相同柱效的其他反相色谱柱);

过滤器:滤膜孔径约 0.45 μm ;

定量进样管:5 μL ;

微量进样器:50 μL ;

超声波清洗器。

4.3.1.4 液相色谱操作条件

流动相: ϕ (乙腈:水)=60:40;

流动相流量:1.0 mL/min;

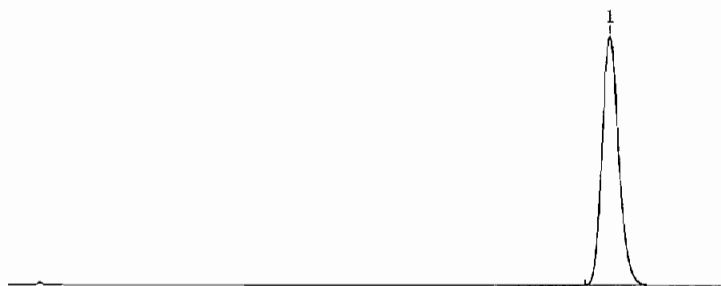
柱温:室温(温差变化应不大于 2 $^{\circ}\text{C}$);

检测波长:240 nm;

进样体积:5 μL ;

保留时间:二甲戊灵 13.5 min。

上述液相色谱操作条件,系典型操作参数。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。典型的二甲戊灵原药的液相色谱图见图 1。



1——二甲戊灵。

图 1 二甲戊灵原药的高效液相色谱图

4.3.1.5 测定步骤

4.3.1.5.1 标样溶液的配制

称取二甲戊灵标样 0.1 g(精确至 0.000 2 g),置于 50 mL 容量瓶中,用乙腈溶解并稀释至刻度,摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 置于另一 50 mL 容量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

4.3.1.5.2 试样溶液的配制

称取含二甲戊灵 0.1 g 的试样(精确至 0.000 2 g),置于 50 mL 容量瓶中,用乙腈溶解并稀释至刻度,摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 置于另一 50 mL 容量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

4.3.1.5.3 测定

在上述色谱操作条件下,待仪器稳定后,连续注入数针标样溶液,直至相邻两针二甲戊灵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样分析。

4.3.1.6 计算

试样中二甲戊灵的质量分数 w_1 (%)按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot w}{A_1 \cdot m_2} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

A_1 ——标样溶液中二甲戊灵峰面积的平均值;

A_2 ——试样溶液中二甲戊灵峰面积的平均值;

m_1 ——二甲戊灵标样的质量,单位为克(g);

m_2 ——试样的质量,单位为克(g);

w ——二甲戊灵标样中二甲戊灵的质量分数,以%表示。

4.3.1.7 允许差

两次平行测定结果之差,应不大于 1.0%,取其算术平均值作为测定结果。

4.3.2 气相色谱法

4.3.2.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解,以邻苯二甲酸二正戊酯为内标物,使用以 5%OV-101/Chromosorb W AW DMCS,180 μm ~250 μm 为填充物的玻璃色谱柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的二甲戊灵进行气相色谱分离和测定。

4.3.2.2 仪器

气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器;

色谱数据处理机或色谱工作站;

色谱柱:1 m×3.2 mm (i. d.) 玻璃柱,内填 5%OV-101/Chromosorb W AW DMCS,180 μm~250 μm 的填充物;

微量进样器:10 μL。

4.3.2.3 试剂和溶液

三氯甲烷;

二甲戊灵标样:已知质量分数 $w \geq 99.0\%$;

邻苯二甲酸二正戊酯:不应含有干扰分析的杂质;

内标溶液:称取 5 g 的邻苯二甲酸二正戊酯,置于 1 000 mL 容量瓶中,用三氯甲烷溶解并稀释至刻度,摇匀。

4.3.2.4 气相色谱操作条件

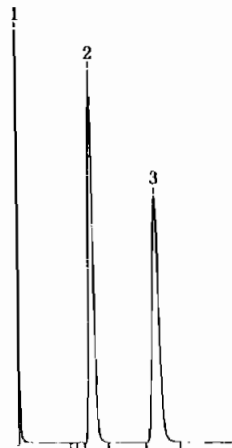
温度(°C):柱温 175, 气化室 200, 检测器室 200;

气体流量(mL/min):载气(N₂) 40, 氢气 35, 空气 350;

进样量(μL):0.5;

保留时间(min):二甲戊灵约 9.4, 内标物约 14.0。

上述操作参数是典型的,可根据不同仪器特点,对给定操作参数作适当调整,以期获得最佳效果。典型的二甲戊灵原药与内标物的气相色谱图见图 2。



1——溶剂;
2——二甲戊灵;
3——内标物(邻苯二甲酸二正戊酯)。

图 2 二甲戊灵原药与内标物的气相色谱图

4.3.2.5 测定步骤

4.3.2.5.1 标样溶液的制备

称取二甲戊灵标样 0.1 g (精确至 0.000 2 g),置于一 10 mL 具塞玻璃瓶中,用移液管加入 10 mL 内标溶液溶解,摇匀。

4.3.2.5.2 试样溶液的制备

称取含二甲戊灵 0.1 g (精确至 0.000 2 g)的试样,置于一 10 mL 具塞玻璃瓶中,用与 4.3.2.5.1 同一支移液管加入 10 mL 内标溶液溶解,摇匀。

4.3.2.5.3 测定

在上述操作条件下,待仪器基线稳定后,连续注入数针标样溶液,计算各针二甲戊灵与内标物峰面积之比的重复性,待相邻两针二甲戊灵与内标物峰面积比的相对变化小于 1.2%时,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。

4.3.2.6 计算

试样中二甲戊灵的质量分数 w_1 (%)按式(2)计算:

$$w_1 = \frac{\gamma_2 \cdot m_1 \cdot w}{\gamma_1 \cdot m_2} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

γ_1 ——标样溶液中,二甲戊灵与内标物峰面积比的平均值;

γ_2 ——试样溶液中,二甲戊灵与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——二甲戊灵标样的质量,单位为克(g);

m_2 ——试样的质量,单位为克(g);

w ——标样中二甲戊灵的质量分数,以%表示。

4.3.2.7 允许差

两次平行测定结果之差,应不大于1.0%,取其算术平均值作为测定结果。

4.4 水分的测定方法

按 GB/T 1600 中的“卡尔·费休法”进行。

4.5 pH 值范围的测定

按 GB/T 1601 的要求称取试样,用 ϕ (丙酮:水)=65:35 的溶液溶解,按 GB/T 1601 农药 pH 值的测定方法直接测定。

4.6 丙酮不溶物的测定

按 GB/T 19138 进行。

4.7 产品的检验与验收

产品的检验与验收,应符合 GB/T 1604 的规定。极限数值的处理,采用修约值比较法。

5 标志、标签、包装、贮运

5.1 二甲戊灵原药的标志、标签和包装,应符合 GB 3796 的规定。

5.2 二甲戊灵原药应用清洁的塑料桶或衬塑铁桶包装,注意不能使其直接接触金属。每桶净含量为 25 kg、50 kg 或 200 kg。

5.3 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 3796 的规定。

5.4 二甲戊灵原药包装件应贮存在通风、干燥的库房中。

5.5 贮运时,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。

5.6 安全:本品属低毒,吞嚥或吸入均有毒,可经皮肤渗入。使用本品时要戴护镜和胶皮手套以及其他必要的防护衣物。如皮肤、眼睛不慎沾上本品,应立即用大量清水冲洗。误服者立即送医院急救。

5.7 验收期:二甲戊灵原药的验收期为 1 个月。从交货之日起,在 1 个月内完成产品的质量验收,其各项指标均应符合标准要求。