

甲 霜 灵 粉 剂

1 主题内容与适用范围

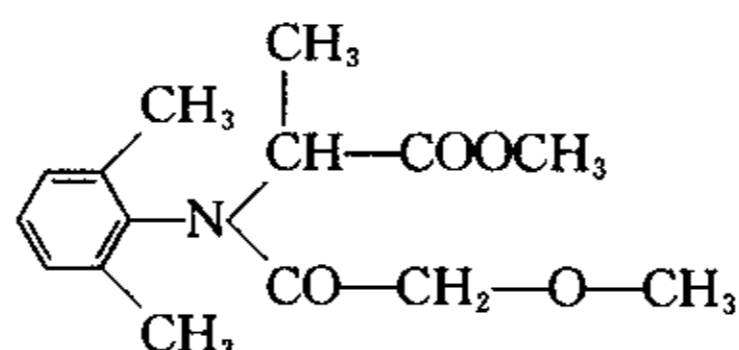
本标准规定了甲霜灵粉剂的技术要求、检验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存要求。

本标准适用于甲霜灵原药经填料吸附、稀释加工制成的粉剂。

有效成分：甲霜灵

化学名称：N-(2,6-二甲苯基)-N-(2-甲氧乙酰基)-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(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 1600 农药水分测定方法
- GB 1601 农药氢离子浓度测定方法
- GB 1605 商品农药采样方法
- HG 2—896 农药粉剂细度测定方法

3 技术要求

3.1 外观：浅灰黄色或玫瑰红色疏松粉末。

3.2 甲霜灵粉剂应符合下列技术要求：

项 目	指 标
甲霜灵含量, % (m/m)	35.0 ± 1.0
水分, % (m/m) ≤	4.0
pH 值	5~8
细度(通过 43μm 孔径筛), % (m/m) ≥	98

4 检验方法

4.1 甲霜灵含量的测定

4.1.1 方法提要

试样用丙酮萃取,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,对甲霜灵粉剂进行分离和测定。

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: $1\mu\text{L}$;

离心机:带 10mL 离心试管。

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 $20\text{mL}/\text{min}$ 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 。

气流速度:

载气(N_2) $40\text{mL}/\text{min}$;

氢气 $50\text{mL}/\text{min}$;

空气 $500\text{mL}/\text{min}$ 。

记录纸速度:

$4\text{mm}/\text{min}$ 。

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 的甲霜灵粉剂试样,邻苯二甲酸二丁酯 0.10g,精确至 0.000 1g,置于 20mL 具塞锥形瓶中,加入 5mL 丙酮,激烈摇动 5min,然后,把溶液倒入 10mL 离心试管中,离心 5min(3 500r. p. m),取部分清液于清洁、干燥的玻璃具塞瓶中,待测。

4.1.4.4 测定

在上述气相色谱条件下,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

由 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 :

$$f = \frac{m_1 \cdot \bar{A}_s \cdot w}{m_s \cdot \bar{A}_1} \dots \dots \dots (1)$$

式中: m_1, m_s ——分别为标准溶液中甲霜灵和内标物的质量, g;

\bar{A}_1, \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, mm^2 ;

w ——甲霜灵标准品的百分含量。

由 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 :

$$x_1 = \frac{f \cdot m_s \cdot \bar{A}_1}{m_1 \cdot \bar{A}_s} \times 100 \dots \dots \dots (2)$$

式中: f ——甲霜灵的校正因子;

m_1, m_s ——分别为试样溶液中甲霜灵和内标物的质量, g;

\bar{A}_1, \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, mm^2 。

4.1.4.6 允许差

本方法两次平行测定结果之差,应不大于 0.6%。

4.2 水分的测定

按 GB 1600 中的“共沸蒸馏法”测定。

4.3 pH 值的测定

按 GB 1601 中的“pH 计法”测定。

4.4 细度的测定

按 HG 2—896 中的方法测定。

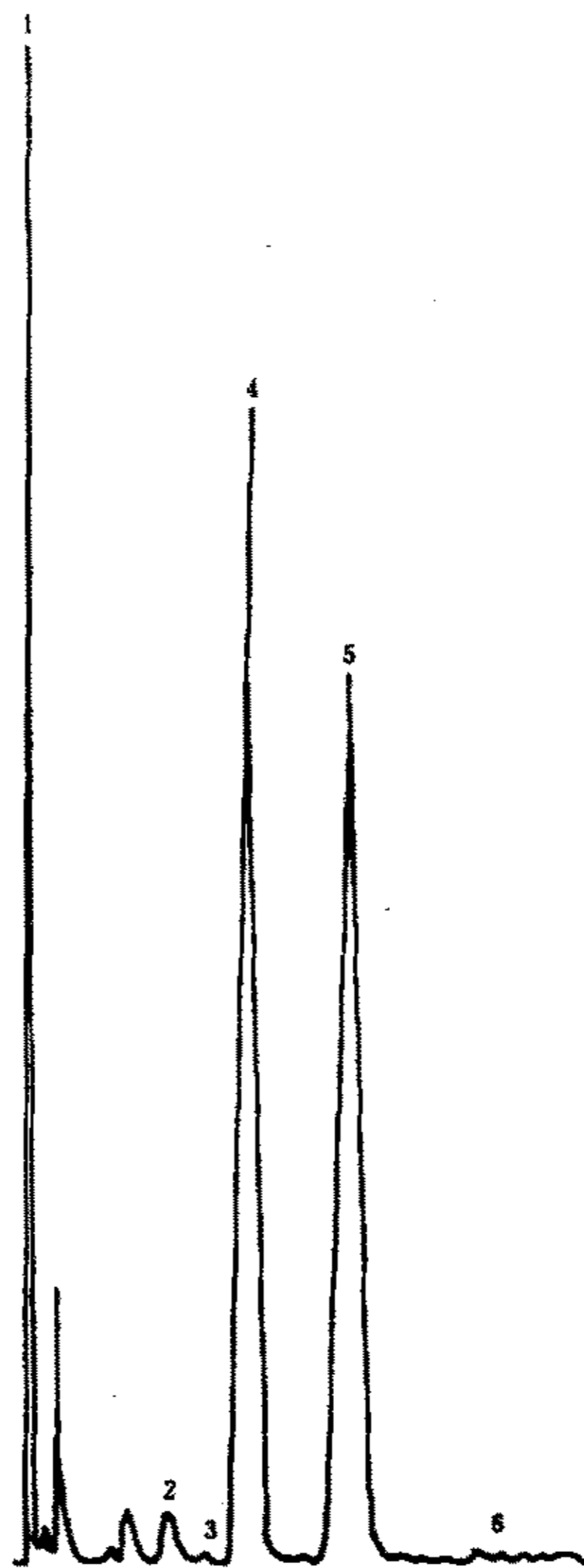


图 1 甲霜灵粉剂气相色谱图

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

5 检验规则

5.1 甲霜灵粉剂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粉剂都符合本标准要求。每批甲霜灵粉剂出厂时，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粉剂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，则整批甲霜灵粉剂不能验收。

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

行仲裁检验。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 甲霜灵粉剂用直径 40cm,高 54cm 的硬纤维板圆桶包装。内包装为厚塑料袋(0.1mm 聚乙烯袋),每袋内装 20kg,或双层塑料袋(外层 0.06mm,内层 0.04mm 聚乙烯袋),每袋内装 100g、250g。每桶净重 20kg。

6.2 包装桶及包装袋上要有牢固的标志。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、种子和饲料等混放,避免与皮肤接触,防止由口鼻吸入。

6.4 本品保证期限为两年。

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。