

甲霜灵可湿性粉剂

1 主题内容与适用范围

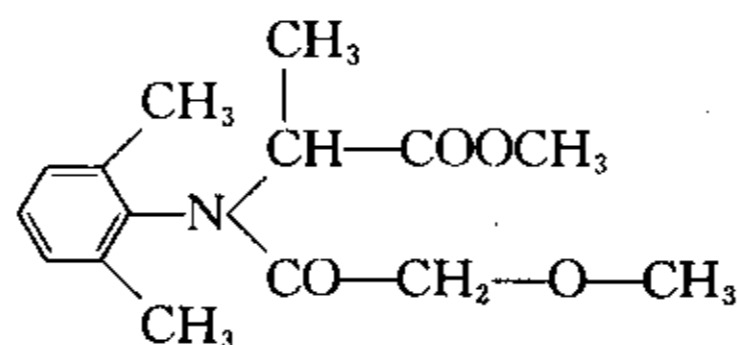
本标准规定了甲霜灵可湿性粉剂的技术要求、检验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存要求。

本标准适用于甲霜灵原药经填料吸附、稀释与助剂加工制成的可湿性粉剂。

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 1601 农药氢离子浓度测定方法
- GB 1605 商品农药采样方法
- GB 5451 农药可湿性粉剂润湿性测定方法
- HG 2—896 农药粉剂细度测定方法

3 技术要求

3.1 外观：浅黄色疏松粉末，不得有团块。

3.2 甲霜灵可湿性粉剂还应符合下列技术要求：

项 目	指 标
甲霜灵含量, % (m/m)	25.0 \pm 1.0
悬浮率, % (m/m) \geq	90
润湿时间, s \leq	60
pH 值	5~8
细度(通过 43 μ m 孔径筛), % (m/m) \geq	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,对甲霜灵可湿性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 $175\sim 246\mu\text{m}$)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。

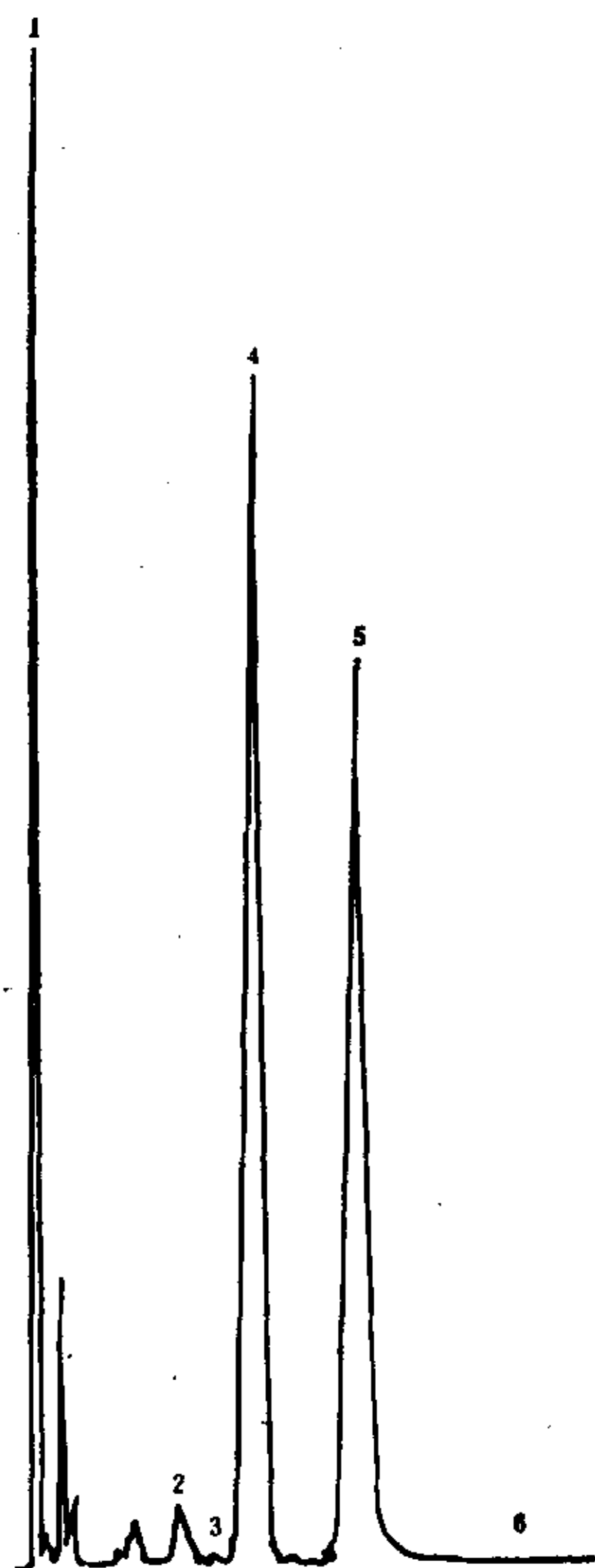


图 1 甲霜灵可湿性粉剂气相色谱图

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

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 的可湿性粉剂试样、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 :

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

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, 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 :

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

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, 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 0.5%。

4.2 悬浮率的测定

4.2.1 试剂和溶液

无水氯化钙(GB 3208);

无水氯化镁(GB 672);

标准硬水:342 $\mu\text{g/g}$,按 GB 5451 规定配制。

4.2.2 仪器

量筒:250mL,磨口玻璃塞,0~250mL 刻度之间距离应为 20.0~21.5cm,250mL 刻度线与塞子底部之间距离应为 4~6cm;

玻璃吸管:长约 30cm,内径约为 5mm,尖端内径为 2~3mm,其管口向上;

恒温水浴。

4.2.3 测定步骤

称取甲霜灵可湿性粉剂 2.5g,精确至 0.0001g,置于 100mL 烧杯中,加入 10mL 标准硬水,用玻璃棒搅拌,待试样全部润湿后,用标准硬水将烧杯中的试样全部洗入 250mL 量筒中,加入标准硬水至 250mL 刻度线,盖好量筒塞,置于 30 \pm 1 $^{\circ}\text{C}$ 恒温水浴中,使量筒液面至少不高于水浴的水平面,当量筒内悬浮液的温度与水浴一致时,取出量筒,有规律地以量筒底部为轴心,上下颠倒 15 个来回(约 0.5min),使呈均匀悬浮液,量筒仍放回恒温水浴中,打开塞子,静置 30min 后,用吸液管以抽气法将量筒内上部 9/10 的悬浮液抽出(10~30s 抽完)。抽液时吸管应依附量筒壁,随液面下降而下降,勿使下部沉淀物受

到振动。然后,在量筒中加入苯 10mL,邻苯二甲酸二丁酯 0.03g,精确至 0.000 1g,盖上塞子激烈振荡 5min,静置,待分层后,将有机层放入 10mL 离心试管中,离心 5min(3 500r. p. m),取上层部分液体于干燥清洁的具塞玻璃瓶中,按 4.1.4.4 规定步骤测定。

4.2.4 甲霜灵可湿性粉剂的悬浮率 x_2 计算如下:

$$x_2 = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times \frac{10}{9} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中: m_1 ——配制悬浮液所称试样中甲霜灵的质量, g;

m_2 ——量筒中所剩余的 1/10 悬浮液中甲霜灵的质量, g。

4.3 润湿时间的测定

按 GB 5451 中的方法测定。

4.4 pH 值的测定

按 GB 1601 中的“pH 计法”测定。

4.5 细度的测定

按 HG 2—896 中的方法测定。

5 检验规则

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

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 甲霜灵可湿性粉剂用直径 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。