

ICS 65.100.30
G 25
备案号: 49662—2015

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2206—2015
代替 HG 2206—1991

甲霜灵原药

Metalaxyl technical material

2015-05-11 发布

2015-10-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 HG 2206—1991《甲霜灵原药》，与 HG 2206—1991 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 取消分等分级（见 1991 年版的 3.2）；
- 增加 2,6-二甲基苯胺质量分数控制指标（见表 1）；
- 取消酸度控制指标，增加 pH 值范围控制指标（见表 1，1991 年版的 3.2）。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会（SAC/TC133）归口。

本标准负责起草单位：沈阳化工研究院有限公司。

本标准参加起草单位：江苏宝灵化工股份有限公司、浙江禾本科技有限公司、一帆生物科技集团。

本标准主要起草人：黎娜、金明华、廖文斌、吴贯中。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- HG 2206—1991。

甲霜灵原药

1 范围

本标准规定了甲霜灵原药的要求，试验方法以及标志、标签、包装、贮运、安全和验收期。

本标准适用于由甲霜灵及其生产中产生的杂质组成的甲霜灵原药。

注：甲霜灵、2,6-二甲基苯胺的其他名称、结构式和基本物化参数参见附录 A。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

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 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法 (mod ISO 3696:1987)

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 19138 农药丙酮不溶物测定方法

3 要求

3.1 外观

灰白至棕黄色固体。

3.2 技术指标

甲霜灵原药还应符合表 1 的要求。

表 1 甲霜灵原药控制项目指标

项 目	指 标
甲霜灵质量分数/%	≥ 95.0
2,6-二甲基苯胺质量分数 ^a /%	≤ 0.1
丙酮不溶物 ^a /%	≤ 0.3
pH 值范围	3.0~7.0
^a 正常生产时，2,6-二甲基苯胺、丙酮不溶物每 3 个月至少测定 1 次。	

4 试验方法

安全提示：使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规的规定。

4.1 一般规定

本标准所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 规定的三级水。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 “修约值比较法” 进行。

4.2 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。

4.3 鉴别试验

红外光谱法——试样与甲霜灵标样在 $4000\text{ cm}^{-1}\sim 400\text{ cm}^{-1}$ 范围的红外吸收光谱图应没有明显区别。甲霜灵标样红外光谱图见图 1。

气相色谱法——本鉴别试验可与甲霜灵质量分数的测定同时进行。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甲霜灵色谱峰的保留时间的相对差值应在 1.5 % 以内。

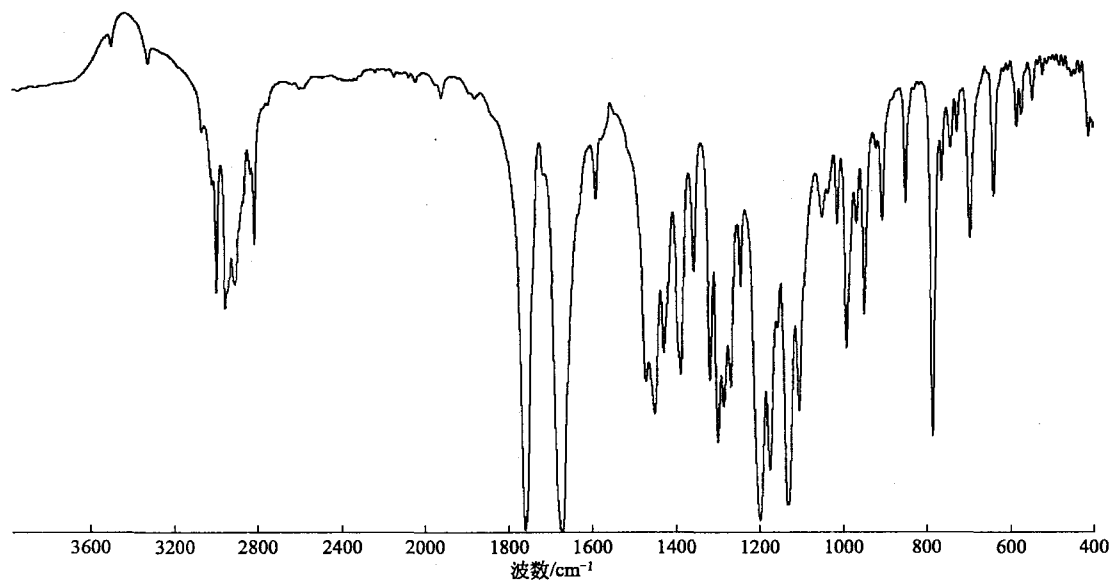


图 1 甲霜灵标样红外光谱图

4.4 甲霜灵质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样用丙酮溶解，以邻苯二甲酸二戊酯为内标物，使用 DB-1701 为填充物的毛细管柱和氢火焰离子化检测器对试样中的甲霜灵进行气相色谱分离，用内标法定量。

4.4.2 试剂和溶液

丙酮；

甲霜灵标样：已知质量分数， $\omega \geq 99.0\%$ ；

内标物：邻苯二甲酸二戊酯，应没有干扰分析的杂质；

内标溶液：称取邻苯二甲酸二戊酯 4.0 g，置于 500 mL 容量瓶中，加适量丙酮溶解，并稀释至刻度，摇匀。

4.4.3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器；

色谱处理机或色谱工作站；

色谱柱：30 m×0.32 mm (i. d.) 毛细管柱，键合 DB-1701，膜厚 0.25 μm (或具同等效果的色谱柱)；

微量进样器：10 μL 。

4.4.4 气相色谱操作条件

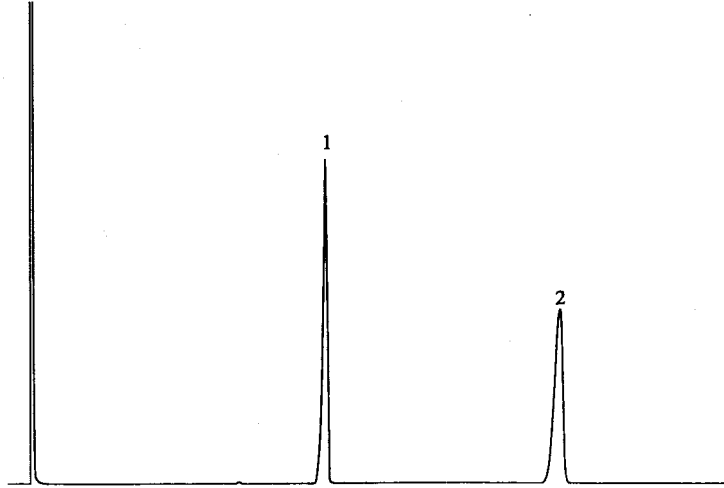
温度 (°C): 色谱柱 200, 气化室 240, 检测器室 300;

气体流量 (mL/min): 载气 (N₂) 2.0, 分流比 30:1, 氢气 30, 空气 300, 补偿气 (N₂) 25;

进样量: 1.0 μL;

保留时间 (min): 甲霜灵 6.9, 内标物 11.5。

上述操作参数是典型的, 可根据不同仪器特点对给定的操作参数做适当调整, 以期获得最佳效果。典型的甲霜灵原药与内标物气相色谱图见图 2。



说明:

1——甲霜灵;

2——内标物。

图 2 甲霜灵原药与内标物气相色谱图

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的制备

称取甲霜灵标样 0.1 g (精确至 0.000 1 g), 置于一具塞玻璃瓶中, 用移液管加入 10 mL 内标溶液, 摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的制备

称取含甲霜灵 0.1 g (精确至 0.000 1 g) 的试样, 置于一具塞玻璃瓶中, 用与 4.4.5.1 中相同的移液管加入 10 mL 内标溶液, 摇匀。

4.4.5.3 测定

在上述操作条件下, 待仪器稳定后, 连续注入数针标样溶液, 直至相邻两针甲霜灵与内标物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测定。

4.4.5.4 计算

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中甲霜灵与内标物峰面积之比分别进行平均。试样中甲霜灵质量分数, 按公式 (1) 计算:

$$\omega_1 = \frac{r_2 m_1 \omega}{r_1 m_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ω_1 ——试样中甲霜灵质量分数, 以 % 表示。

r_2 ——试样溶液中甲霜灵与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——标样的质量的数值, 单位为克 (g);

ω ——标样中甲霜灵质量分数, 以 % 表示;

r_1 ——标样溶液中甲霜灵与内标物峰面积比的平均值;

m_2 ——试样的质量的数值，单位为克（g）。

4.4.6 允许差

甲霜灵质量分数两次平行测定结果之差应不大于 1.2%，取其算术平均值作为测定结果。

4.5 2,6-二甲基苯胺质量分数的测定

4.5.1 方法提要

试样用丙酮溶解，以正十二烷为内标物，使用 DB-1701 为填充物的毛细管柱和氢火焰离子化检测器对试样中的 2,6-二甲基苯胺进行气相色谱分离，用内标法定量。本方法中 2,6-二甲基苯胺的最低定量限为 0.0025 g/kg。

4.5.2 试剂和溶液

丙酮；

2,6-二甲基苯胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 99.0\%$ ；

内标物：正十二烷，应没有干扰分析的杂质；

内标溶液：称取正十二烷 0.025 g，置于 500 mL 容量瓶中，加适量丙酮溶解，并稀释至刻度，摇匀。

4.5.3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器；

色谱处理机或色谱工作站；

色谱柱：30 m×0.32 mm (i. d.) 毛细管柱，键合 DB-1701，膜厚 0.25 μm （或具同等效果的色谱柱）；

微量进样器：10 μL 。

4.5.4 气相色谱操作条件

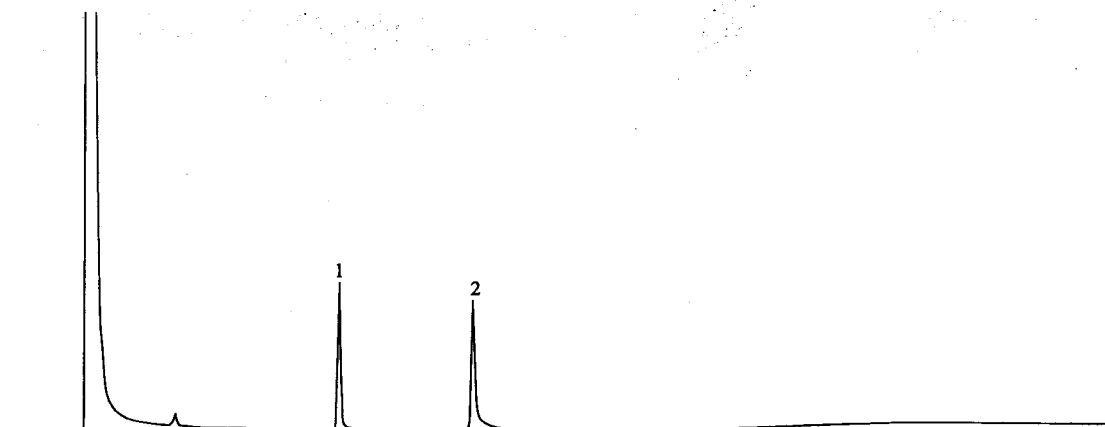
温度：色谱柱 80 $^{\circ}\text{C}$ ，以 5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率升至 120 $^{\circ}\text{C}$ ，保持 2 min，再以 30 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率升至 250 $^{\circ}\text{C}$ ，保持 5 min；气化室 260 $^{\circ}\text{C}$ ；检测器室 300 $^{\circ}\text{C}$ ；

气体流量（mL/min）：载气（ N_2 ）2.0，分流比 5：1，氢气 30，空气 300，补偿气（ N_2 ）25；

进样量：2.0 μL ；

保留时间（min）：内标物 5.8，2,6-二甲基苯胺 8.1。

上述操作参数是典型的，可根据不同仪器特点对给定的操作参数做适当调整，以期获得最佳效果。2,6-二甲基苯胺标样与内标物气相色谱图见图 3，典型的甲霜灵原药与内标物气相色谱图见图 4。

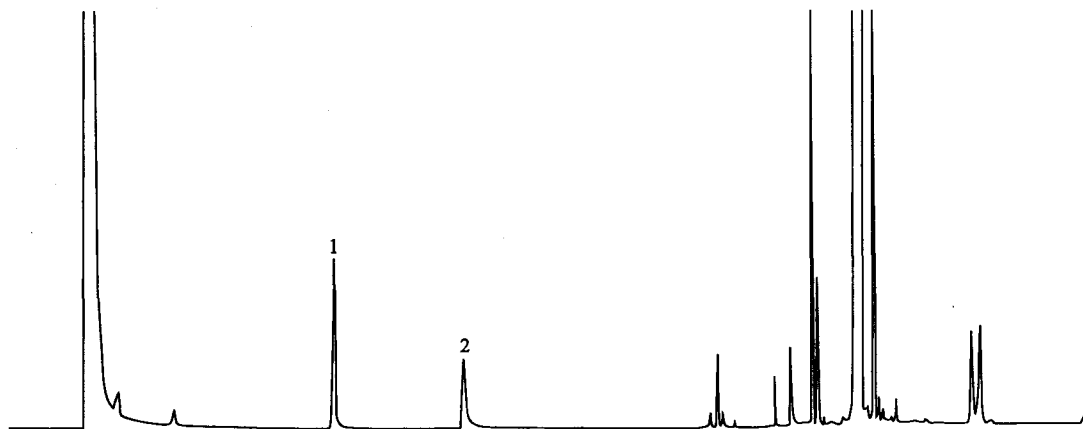


说明：

1——内标物；

2——2,6-二甲基苯胺。

图 3 2,6-二甲基苯胺标样与内标物气相色谱图



说明:

1——内标物;

2——2,6-二甲基苯胺。

图4 甲霜灵原药与内标物气相色谱图 (测定2,6-二甲基苯胺)

4.5.5 测定步骤

4.5.5.1 标样溶液的制备

称取0.05 g (精确至0.0001 g) 2,6-二甲基苯胺标样,置于100 mL容量瓶中,加入丙酮振荡使之溶解,并用丙酮稀释至刻度,摇匀。用移液管移取上述溶液1 mL,置于一具塞玻璃瓶中,加入10 mL内标溶液,摇匀。

4.5.5.2 试样溶液的制备

称取约0.25 g (精确至0.0001 g) 甲霜灵原药试样,置于一具塞玻璃瓶中,用与4.5.5.1相同的移液管加入10 mL内标溶液,摇匀。

4.5.5.3 测定

在上述操作条件下,待仪器稳定后,连续注入数针标样溶液,直至相邻两针2,6-二甲基苯胺与内标物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测定。

4.5.5.4 计算

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中2,6-二甲基苯胺与内标物峰面积之比分别进行平均。试样中2,6-二甲基苯胺质量分数,按公式(2)计算:

$$\omega_2 = \frac{r_2 m_1 \omega}{r_1 m_2 n} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

ω_2 ——试样中2,6-二甲基苯胺质量分数,以%表示。

r_2 ——试样溶液中2,6-二甲基苯胺与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——标样的质量的数值,单位为克(g);

ω ——标样中2,6-二甲基苯胺质量分数,以%表示;

r_1 ——标样溶液中2,6-二甲基苯胺与内标物峰面积比的平均值;

m_2 ——试样的质量的数值,单位为克(g);

n ——稀释因子, $n=100$ 。

4.5.6 允许差

2,6-二甲基苯胺质量分数两次平行测定结果之差应不大于10%,取其算术平均值作为测定结果。

4.6 pH值的测定

按GB/T 1601进行。

4.7 丙酮不溶物的测定

按 GB/T 19138 进行。

4.8 产品的检验与验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

5 标志、标签、包装、贮运、安全和验收期

5.1 标志、标签和包装

甲霜灵原药的标志、标签和包装应符合 GB 3796 的规定。甲霜灵原药包装采用铁桶或纸板桶内衬塑料袋密封包装，每桶净含量 25 kg 或 50 kg。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。

5.2 贮运

甲霜灵原药包装件应贮存在通风、干燥的库房中。贮运时不得与食物、种子、饲料混放，避免与皮肤、眼睛接触，防止由口、鼻吸入。

5.3 安全

本品属低毒杀菌剂，对人、畜低毒。对人体皮肤和黏膜有一定的刺激作用。使用本品应戴防护手套、口罩，穿干净防护服，使用后应立即用肥皂和水洗净。如药液误入眼睛或接触皮肤，应用大量水冲洗，如发生斑疹性过敏反应，应请医生对症治疗。

5.4 验收期

甲霜灵原药的验收期为 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。

附录 A
(资料性附录)

甲霜灵、2,6-二甲基苯胺的其他名称、结构式和基本物化参数

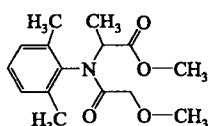
A.1 本产品有效成分甲霜灵的其他名称、结构式和基本物化参数

ISO 通用名称: Metalaxyl

CAS 登录号: [57837-19-1]

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

结构式:



实验式: $C_{15}H_{21}NO_4$

相对分子质量: 279.3

生物活性: 杀菌

熔点: $71.8\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 72.3\text{ }^{\circ}\text{C}$

溶解度 (g/L, $20\text{ }^{\circ}\text{C}$): 水 7.1, 苯 550, 二氯甲烷 750, 甲醇 650, 辛醇 130, 丙醇 270

稳定性: 室温下, 中性及酸性介质中稳定

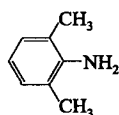
A.2 2,6-二甲基苯胺的结构式和基本物化参数

英文名称: 2,6-Dimethylaniline

CAS 登录号: [87-62-7]

化学名称: 2,6-二甲基苯胺

结构式:



实验式: $C_8H_{11}N$

相对分子质量: 121.2

熔点: $11.2\text{ }^{\circ}\text{C}$

溶解性: 不溶于水, 溶于乙醇、乙醚