

中华人民共和国化工行业标准

HG 3291~3297—2001

农 药 (2001)

2002-01-24 发布

2002-07-01 实施

国家经济贸易委员会 发布

备案号:10078—2002

HG 3291—2001

前 言

本标准的第3章、第5章是强制性的,其余是推荐性的。

本标准是对强制性化工行业标准 HG 3291—1989《丁草胺原药》修订而成。

本标准与 HG 3291—1989 的主要差异为:

——丁草胺含量由三个等级调整为一个等级,即大于等于 90.0%。

——增加了杂质伯酰胺含量控制指标和检验方法。

本标准自实施之日起,同时代替 HG 3291—1989。

本标准由原国家石油和化学工业局政策法规司提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会归口。

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:江苏绿利来股份公司、南通江山农药化工股份有限公司。

本标准主要起草人:高晓晖、武铁军、徐亚萍、袁伟健、诸本贤。

本标准于 1989 年首次发布为专业标准,1999 年转化为强制性化工行业标准,并重新编号为 HG 3291—1989。

本标准委托全国农药标准化技术委员会秘书处负责解释。

丁草胺原药

代替 HG 3291—1989

Butachlor technical

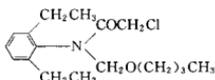
该产品有效成分丁草胺的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO 通用名称：Butachlor

CIPAC 数字代号：354

化学名称：*N*-(2,6-二乙基苯基)-*N*-丁氧甲基氯乙酰胺

结构式：



实验式： $C_{17}H_{26}ClNO_2$

相对分子质量：311.9(按 1997 年国际相对原子质量)

生物活性：除草

蒸气压(25℃)： 2.4×10^{-1} mPa

相对密度(25℃)：1.076

闪点： $>135^\circ\text{C}$

溶解度(20℃)：水中 20 mg/L；能与乙醚、丙酮、乙醇、己烷、三氯甲烷混溶

稳定性：对紫外光稳定；165℃开始分解；土壤中残留时间 42~70 d

1 范围

本标准规定了丁草胺原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由于草胺及其生产中产生的杂质组成的丁草胺原药。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 1600—1979(1989) 农药水分测定方法

GB/T 1604—1995 商品农药验收规则

GB/T 1605—1979(1989) 商品农药采样方法

GB 3796—1999 农药包装通则

3 要求

3.1 外观：应是稳定的均相液体，无可见的悬浮物和沉淀。

3.2 丁草胺原药应符合表 1 要求。

表 1 丁草胺原药控制项目指标

项 目	指 标	%
丁草胺含量	≥	90.0
2-氯-2',6'-二乙基吡替苯胺(简称伯酰胺)含量	≤	2.0
水分	≤	0.3
酸度(以 H ₂ SO ₄ 计)	≤	0.1

4 试验方法

4.1 抽样

按照 GB/T 1605—1979(1989)中“乳液和液体状态的采样”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 200 mL。

4.2 鉴别试验

4.2.1 气相色谱法,本鉴别试样可与丁草胺含量的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液某一色谱的保留时间与标样溶液中丁草胺色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

4.2.2 红外光谱法:试样中分离的有效成分与标样在 4 000~300cm⁻¹ 波数范围内的红外光谱图应没有明显的差异。丁草胺标样的红外光谱图见图 1。

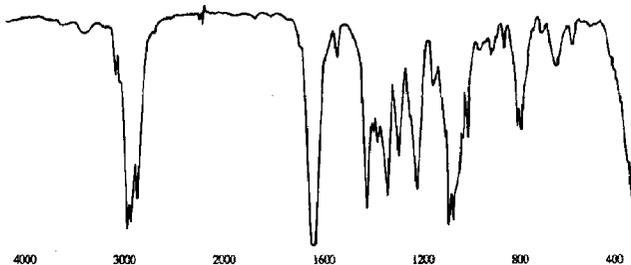


图 1 丁草胺的红外光谱图

4.3 丁草胺含量和伯酰胺含量的测定

4.3.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解,以磷酸三苯酯为内标物,使用 5%SE-30/Chromosorb W AW DMCS(180~250 μm)为填充物的玻璃柱或不锈钢柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的丁草胺和伯酰胺进行气相色谱分离和测定。

4.3.2 试剂和溶液

三氯甲烷。

丁草胺标样,已知含量大于等于 99.0%。

内标物:磷酸三苯酯,应没有干扰分析的杂质。

固定液:SE-30。

载体:Chromosorb W AW DMCS(180~250 μm);

内标溶液:称取磷酸三苯酯 2.0 g,置于 100 mL 容量瓶中,加适量三氯甲烷溶解,并稀释至刻度,

摇匀。

4.3.3 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。

色谱柱：2.0 m×3.2 mm(i. d.)玻璃柱或不锈钢柱。

柱填充物：SE-30[固定液：(固定液+载体)=5：100]涂渍在 Chromosorb W AW DMCS(180~250 μ m)上。

4.3.4 色谱柱的制备

4.3.4.1 固定液的涂渍

准确称取 0.5 g SE-30 固定液于 250 mL 烧杯中，加入适量(略大于载体体积)三氯甲烷使其完全溶解，倒入 9.5 g 载体，轻轻振动，使之混合均匀并使溶剂挥发近干，再将烧杯放入 120℃ 的烘箱中干燥 1 h，取出放在干燥器中冷却至室温。

4.3.4.2 色谱柱的填充

将一小漏斗接到经洗涤干燥的色谱柱的出口，分次把制备好的填充物填入柱内，同时不断轻敲柱壁，直至填到离柱出口 1.5 cm 处为止。将漏斗移至色谱柱的入口，在出口端塞一小团经硅烷化处理的玻璃棉，通过橡皮管连接到真空泵上，开启真空泵，继续缓缓加入填充物，并不断轻敲柱壁，使其填充的均匀紧密。填充完毕，在入口端也塞一小团玻璃棉，并适当压紧，以保持柱填充物不被移动。

4.3.4.3 色谱柱的老化

将色谱柱入口端与气化室相连，出口端暂不接检测器，以 15 mL/min 的流量通入载气(N₂)，分阶段升温至 260℃，并在此温度下老化 48 h。

4.3.5 气相色谱操作条件

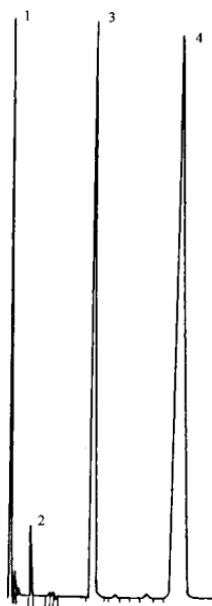
温度(℃)：柱温 225，气化室 280，检测器室 280。

气体流量(mL/min)：载气(N₂)40，氢气 40，空气 400。

进样量(μ L)：0.6。

保留时间(min)：伯酰胺 2.2，丁草胺 7.0，内标物 13.5。

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。典型的丁草胺原药气相色谱图见图 2。



1—溶剂；2—伯酰胺；3—丁草胺；4—内标物

图2 丁草胺原药气相色谱图

4.3.6 测定步骤

4.3.6.1 标样溶液的配制

称取丁草胺标样 0.1 g (精确至 0.0002 g)，置于一具塞玻璃瓶中，用移液管准确加入 5 mL 内标溶液，摇匀。

4.3.6.2 试样溶液的配制

称取含丁草胺约 0.1 g 的试样 (精确至 0.0002 g)，置于一具塞的玻璃瓶中，用与 4.3.6.1 中使用的同一支移液管准确加入 5 mL 内标溶液，摇匀。

4.3.6.3 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，计算各针相对响应值的重复性，待相邻两针丁草胺的相对响应值变化小于 1.5% 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。

4.3.7 计算

4.3.7.1 丁草胺含量的计算

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中丁草胺与内标物峰面积之比，分别进行平均。试样中的丁草胺质量分数 X_1 (%)，按式(1)计算：

$$X_1 = \frac{r_2 m_1 P}{r_1 m_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中： r_1 ——标样溶液中，丁草胺与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中，丁草胺与内标物峰面积比的平均值；

- m_1 ——丁草胺标样的质量, g;
 m_2 ——试样的质量, g;
 P ——标样中丁草胺的质量分数, %。

4.3.7.2 伯酰胺含量的计算

将测得的两针试样溶液中伯酰胺与丁草胺峰面积之比, 进行平均。

试样中的伯酰胺质量分数 X_2 (%), 按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{A_2}{A_1} \times X_1 \times 1.047 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: A_1 ——试样溶液中, 丁草胺的峰面积;

A_2 ——试样溶液中, 伯酰胺的峰面积;

X_1 ——试样中丁草胺的质量分数, %;

1.047——伯酰胺对丁草胺的相对校正因子。

4.3.8 允许差

两次平行测定结果之差, 丁草胺应不大于 1.0%, 伯酰胺应不大于 0.2%。取其算术平均值作为测定结果。

4.4 水分的测定

按 GB/T 1600—1979(1989) 中的“卡尔·费休”法进行。允许使用精度相当的微量水分测定仪测定。

4.5 酸度的测定

4.5.1 试剂和溶液

乙醇溶液: 95%。

氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH}) = 0.02 \text{ mol/L}$ 。按 GB/T 601—1988 中 4.1 配制。

溴百里酚蓝指示剂: 1 g/L 20% 乙醇溶液。

4.5.2 测定步骤

称取试样 10 g(精确至 0.002 g), 置于一个 250 mL 锥形瓶中, 加入乙醇溶液 50 mL, 摇动使样品溶解。加入 6 滴指示剂, 用 0.02 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液刚出现蓝色。

同时做空白测定。

4.5.3 计算

以硫酸的质量分数表示的试样酸度 X_3 (%), 按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{c(V_1 - V_0) \times 0.049}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中: c ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V_1 ——滴定试样溶液所消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 ——滴定空白所消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

m ——试样质量, g;

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

4.6 产品的检验与验收

产品的检验与验收应符合 GB/T 1604 规定。极限数值处理采用修约值比较法。

5 标志、标签、包装、贮运

5.1 丁草胺原药的标志、标签和包装, 应符合 GB 3796 的规定。

5.2 丁草胺原药应用干净、内涂保护层的的钢桶包装, 每桶净含量 200 kg; 或用塑料桶包装, 每桶净含

量 50 kg。

5.3 根据用户要求或订货协议,可以采用其他形式的包装,但应符合 GB 3796 的规定。

5.4 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 丁草胺属低毒除草剂,使用本品应带防护手套。喷雾时要顺风方向进行,防止口鼻吸入;皮肤或身体裸露部位接触本品后,应及时用肥皂和水洗净。万一发生中毒现象应及时请医生诊治。
