

中华人民共和国化工行业标准

HG 2465.2—93

乙 草 胺 乳 油

1 主题内容与适用范围

本标准规定了乙草胺乳油的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

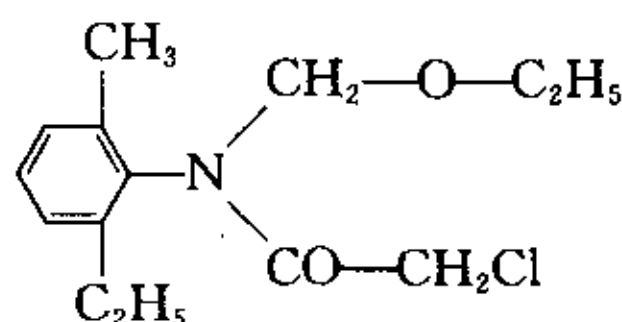
本标准适用于由乙草胺原药与乳化剂溶解在适宜的溶剂中配制成的乳油。

有效成分:乙草胺

化学名称:2'-乙基-6'-甲基-N-(乙氧甲基)-2-氯代乙酰替苯胺

ISO 通用名称:Acetochlor

结构式:



经验式: $C_{14}H_{20}ClNO_2$

相对分子质量:267.77(按 1989 年国际相对原子质量计)

生物性质:除草剂

2 引用标准

GB/T 1600 农药水分测定方法

GB/T 1601 农药氢离子浓度测定方法

GB/T 1603 农药乳剂稳定性测定方法

GB 1604 农药验收规则

GB 1605 商品农药采样方法

GB 4838 乳油农药包装

3 技术要求

3.1 外观:棕色或紫色均相透明液体,无可见的悬浮物和沉淀。

3.2 乙草胺乳油应符合下列指标要求:

项 目	指 标	
	50%乳油	40%乳油
乙草胺含量,%	50.0 ± 1.0	40.0 ± 1.0
水分,% $\leq$	0.4	0.4
pH 值范围	5.0~9.0	5.0~9.0
乳液稳定性(稀释 200 倍)	合格	合格
低温稳定性 ¹⁾	合格	合格
热稳定性 ¹⁾	合格	合格

注:1)至少每季度检验一次。

中华人民共和国化学工业部 1993-07-05 批准

1994-01-01 实施

4 试验方法

除另有说明,本标准所使用的试剂均为分析纯试剂,水应符合 GB 6682 中三级水规格。

4.1 乙草胺的测定

4.1.1 鉴别试验

本鉴别试验可与乙草胺含量的测定同时进行。如果试样溶液主(色谱)峰的保留时间与标样溶液乙草胺的保留时间相对差在 1.5% 以内,就可以确认试样的有效成分就是乙草胺,如用上述方法鉴别有疑问时,至少要用另一种方法进行鉴别。

4.1.2 乙草胺含量的测定

4.1.2.1 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 5%SE-30/Chromosorb W-HP 为填充物的不锈钢柱和氢焰离子化检测器,对乙草胺进行气相色谱分离和测定。

4.1.2.2 试剂和溶液

乙草胺标样:已知含量 $\geq 98\%$ (m/m);

内标物:邻苯二甲酸二正戊酯,不应含有干扰分析的杂质;

固定液 SE-30;

载体:Chromosorb W-HP 150~180 μ m(80~100 目);

内标溶液:8g/L 邻苯二甲酸二正戊酯三氯甲烷溶液。置冰箱中保存,恢复至室温后方可使用。

4.1.2.3 仪器

气相色谱仪:具火焰离子化检测器;

色谱数据处理机;

色谱柱:2m $\times$ 3mm(id)不锈钢柱;

柱填充物:5%SE-30/Chromosorb W-HP(150~180 μ m);

微量进样器:10 μ L。

4.1.2.4 色谱柱的制备

a. 固定液的涂渍

称取约 0.5gSE-30 于 200mL 的烧杯中,加入少许三氯甲烷,用玻璃棒搅拌,使 SE-30 完全溶解,再加入适量的三氯甲烷(以溶剂恰好浸没载体为宜),搅匀。将已称好的 10g 载体一次倒入上述烧杯中,将烧杯放在 60℃ 的水浴中,并不时轻轻摇动烧杯使之处于均一状态。待溶剂挥发近干,将烧杯置于 100℃ 烘箱中,干燥 1h。

b. 色谱柱的填充

将清洁、干燥的色谱柱的入口端连一漏斗,出口端包一干净纱布,并用洁净橡皮管与真空泵相连。开启真空泵,由漏斗处分次倒入填充物,同时不断轻敲柱壁,使填充物紧密均匀地装满色谱柱,然后在柱两端各塞一小团玻璃棉并适当压紧,以保持填充物不被移动。

c. 色谱柱的老化

将色谱柱入口端与汽化室相连,出口端暂不接检测器。以约 20mL/min 的载气流速,分阶段升温至 250℃,并在此温度下,至少老化 24h。降温后将柱出口端与检测器相连。

4.1.2.5 气相色谱操作条件

温度

柱室:215℃;

汽化室:280℃;

检测室:280℃;

气体流速

载气: (N₂) 40mL/min;

氢气: 40mL/min;

空气: 400mL/min;

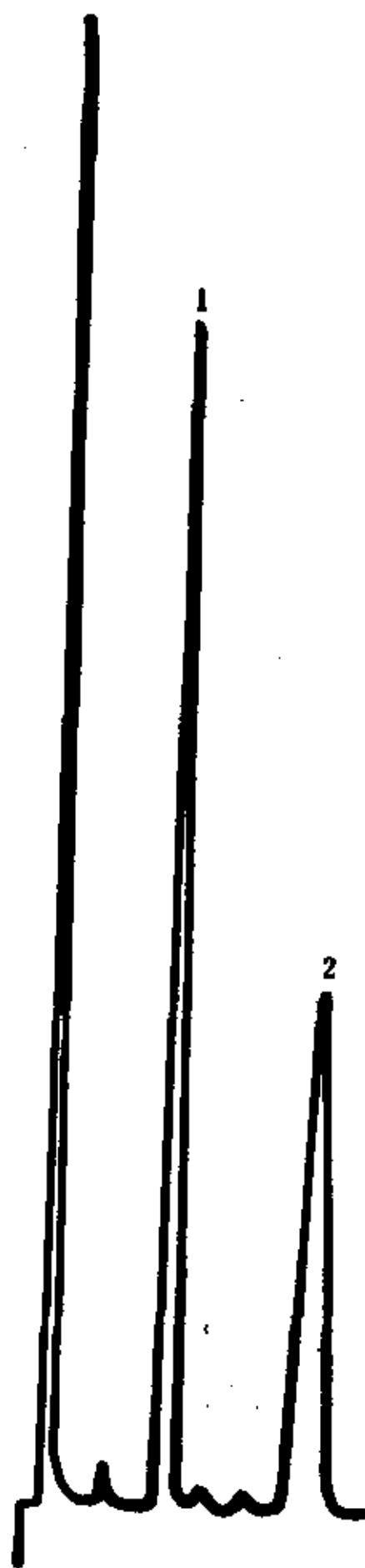
进样量

1.0μL。

相对保留值

乙草胺: 1.00(约 6min);

内标物: 2.00。



乙草胺乳油气相色谱图

1—乙草胺; 2—内标物

上述操作条件,系典型操作参数,可根据仪器特点,对给定操作参数作适当调整,以获得最佳效果。

4.1.2.6 测定步骤

a. 标样溶液的配制

称取约含乙草胺 0.09g 标样(精确至 0.000 1g),置于 25mL 具塞容量瓶中,用移液管准确移入 10mL 内标溶液,摇匀。

b. 试样溶液的配制

称取约含乙草胺 0.09g 试样(精确至 0.000 1g),置于 25mL 具塞容量瓶中,用移液管准确移入 10mL 内标溶液,摇匀。

c. 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,待相邻两针的相对响应值变化小于1.2%,按照下列顺序进行气相色谱分析:

a. 标样溶液;b. 试样溶液;c. 试样溶液;d. 标样溶液。

4.1.2.7 计算

将测得的 a. d 和 b. c 乙草胺与内标物峰面积之比,分别进行平均。乙草胺质量百分含量 X_1 按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{\bar{r}_2 m_1 w}{\bar{r}_1 m_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中: $\bar{r}_1$ ——标样溶液中乙草胺与内标物峰面积比的平均值;

$\bar{r}_2$ ——试样溶液中乙草胺与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——标样的质量,g;

m_2 ——试样的质量;

w ——标样的纯度, (% , m/m)。

4.1.2.8 允许差

两次平行测定结果之差,应不大于1.0%;取其平均值作为报出结果。

4.2 水分的测定

按 GB/T 1600 中的卡尔·费休法进行。

4.3 pH 值的测定

按 GB/T 1601 中的 pH 计法进行。

4.4 乳液稳定性试验

按 GB/T 1603 进行。上无浮油,下无沉淀为合格。

4.5 低温稳定性试验

将 50mL 试样放入 100mL 烧杯中,用适当方法冷至 $0 \pm 1^\circ\text{C}$,并在此温下保持 1h,其间不时地用玻璃棒缓缓搅拌。无固体物或油状物析出为合格。

4.6 热稳定性试验

4.6.1 仪器

恒温箱(或恒温水浴): $54 \pm 2^\circ\text{C}$;长颈安瓿,或可在 54°C 密封的具塞玻璃瓶。

医用注射器:50mL。

4.6.2 试验步骤

用注射器将 30mL 乳油试样,注入干净的安瓿(或玻璃瓶)中(避免试样接触瓶颈),将此安瓿置于冰盐浴中致冷,用高温火焰迅速封口(避免溶剂挥发)。至少封 2 瓶,分别称重。将封好的安瓿先放入一金属容器内,再将金属容器放入 $54 \pm 2^\circ\text{C}$ 恒温箱(或水浴)中,放置 14d。取出分别称量,重量未发生变化的试样,于 24h 内对规定项目进行检验。如符合各项指标要求,即为合格。

5 检验规则

5.1 取样方法

按 GB 1605 中乳剂和液体状态的采样方法进行。采用随机方法确定取样的包装件,最终取样量应不少于 250mL。

5.2 验收规则

按照 GB 1604 标准进行验收。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 乙草胺乳油的包装和标志,应符合 GB 4838 中的有关规定。

- 6.2 乙草胺乳油用清洁、干燥带内外盖的棕色玻璃瓶装,每瓶净重 0.5kg,外用草套或瓦楞纸做衬垫,紧密排列于钙塑纸箱中,每箱净重不超过 12kg,也可根据用户要求,采用其他形式包装。
- 6.3 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。
- 6.4 包装件应贮存在通风、干燥(低温)的室内仓库中。堆码方式应符合安全、搬运方便的原则。
- 6.5 保证期:在规定贮存条件下,乙草胺乳油的保证期,从生产日期算起,至少为 2 年。在保证期内,有效成分含量、乳液稳定性指标仍符合本标准要求。

附录 A
乙草胺含量气相色谱测定方法
(补充件)

下述二方法可用作生产控制分析。

方法 I

A I 1 方法提要

试样用丙酮溶解,以邻苯二甲酸二正戊酯为内标物,用 5%SE-30/chromosorb W AW DMCS(180~250 μ m)为填充物的 2m 不锈钢色谱柱和热导池检测器,对乙草胺进行气相色谱分离和测定。

A I 2 标样和试样溶液的配制

a. 内标溶液

50g/L 邻苯二甲酸二正戊酯丙酮溶液;

b. 标样和试样溶液

分别称取约含乙草胺 0.10g 的标样和试样(精确至 0.000 1g),置于二个具塞小玻璃瓶中,用移液管各加入 2mL 内标溶液,摇匀。

A I 3 色谱操作条件

柱室:220℃;

汽化室:280℃;

检测器室:250℃;

载气(H₂)流速:40mL/min;

桥流:170mA;

进样量:4 μ L;

保留时间:乙草胺约 1min;

邻苯二甲酸二正戊酯约 3.5min。

方法 II

A II 1 方法提要

试样用二甲苯溶解,以六氯苯为内标物,用 10%SE-30/101 硅烷化载体(180~250 μ m)为填充物的 2m 不锈钢色谱柱和热导池检测器,对乙草胺进行气相色谱分离和测定(峰高定量法)。

A II 2 标样和试样溶液的配制

a. 内标溶液

16g/L 六氯苯二甲苯溶液;

b. 标样和试样溶液

分别称取约含乙草胺 0.10g 的标样和试样(精确至 0.000 1g),置于二个具塞小玻璃瓶中,用移液管各加入 5mL 内标溶液,摇匀。

A II 3 色谱操作条件

柱室:200℃;

汽化室:300℃;

检测器室:250℃;

载气(H₂)流速:60mL/min;

桥流:150mA;

进样量:4 μ L;

保留时间:六氯苯约 5min;

乙草胺约 8min。

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。

本标准由化工部沈阳化工研究院技术归口。

本标准由化工部沈阳化工研究院负责起草，昆山化工厂参加起草。

本标准主要起草人王玉凡、张雪冰、顾顺兴、袁伟健、樊蓉、庞光明、俞亚良。