ICS 65.100.20
G 25
备案号:41897—2013

HG

# 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2213—2013
代替 HG 2213 1991

# 禾草丹原药

Thiobencarb technical material

2013-10-17 发布　　2014-03-01 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 2213—1991《禾草丹原药》，与 HG 2213—1991《禾草丹原药》相比，主要技术变化如下：

取消了分等分级。禾草丹原药质量分数由原标准优等品的≥93.0 %提高到≥95.5 %；

试验方法中增加了 4.1 一般规定、4.2 抽样、4.3 鉴别试验；

外观修改为室温不低于 5 ℃时，淡黄色至棕黄色油状液体，无可见悬浮物；

丙酮不溶物检验周期由原标准半年检测一次，修改为每三个月至少检测一次；

禾草丹质量分数测定方法由原标准不锈钢填充柱改为毛细管色谱柱，计算方法由原标准采用峰高比平均值，改为用峰面积比平均值计算。

本标准的附录 A 为资料性附录。

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：上海泰禾化工有限公司。

本标准参加起草单位：南通泰禾化工有限公司、江苏傲伦达科技实业股份有限公司。

本标准主要起草人：郑锦彪、陈子奇、兰林付、陈律。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

HG 2213—1991。

# 禾草丹原药

## 1 范围

本标准规定了禾草丹原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运和验收期。

本标准适用于由禾草丹及其生产中产生的杂质组成的禾草丹原药。

注：禾草丹的其他名称、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，仅所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 1600 农药水分测定方法

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 分析试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

GB/T 28135 农药酸(碱)度测定方法 指示剂法

## 3 要求

### 3.1 外观

室温不低于5 ℃时，淡黄色至棕黄色油状液体，无可见悬浮物。

### 3.2 技术指标

禾草丹原药还应符合表1要求。

表1 禾草丹原药控制项目指标

| 项目 | | 指标 |
|---|---|---|
| 禾草丹质量分数/% | ≥ | 95.5 |
| 水分/% | ≤ | 0.2 |
| 酸度(以 $H_2SO_4$ 计)/% | ≤ | 0.2 |
| 丙酮不溶物[a]/% | ≤ | 0.05 |
| [a] 正常生产时，丙酮不溶物每3个月至少测定一次。 | | |

## 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中规定的三级水。检验结果的判定按GB/T 8170—2008中的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。用随机法确定抽样的包装件，最终抽样量应不少于 100 mL。

### 4.3 鉴别试验

红外光谱法　试样与禾草丹标样在 400 $cm^{-1}$～4 000 $cm^{-1}$ 范围内的红外吸收光谱图应没有明显差异。禾草丹标样红外光谱图见图 1。

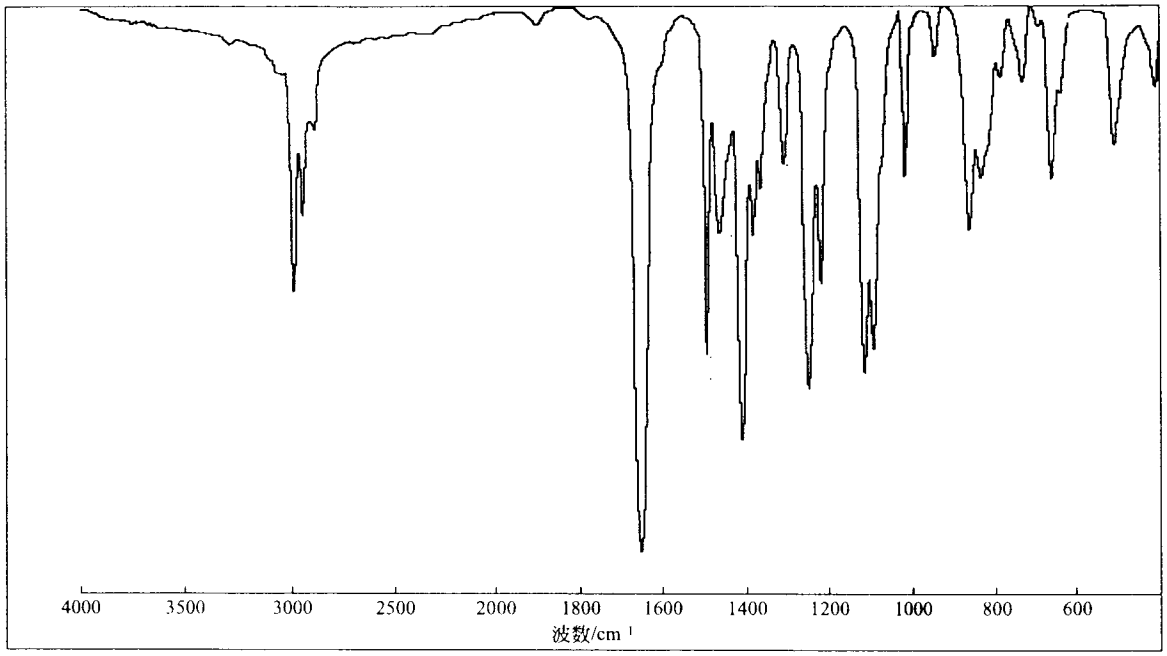



图 1　禾草丹标样的红外光谱图

气相色谱法　本鉴别试验可与禾草丹质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液中某个色谱峰的保留时间与标样溶液中禾草丹色谱峰的保留时间，其相对差值应在 1.5 %以内。

### 4.4 禾草丹质量分数的测定

#### 4.4.1 方法提要

试样用丙酮溶解，以邻苯二甲酸二正戊酯为内标，使用键合 5 %苯基-甲基聚硅氧烷的毛细管色谱柱和氢火焰离子化检测器，对试样中的禾草丹进行气相色谱分离，内标法定量。

#### 4.4.2 试剂和溶液

丙酮：分析纯；

禾草丹标样：已知禾草丹质量分数，$w \geqslant 99.5\ \%$；

内标：邻苯二甲酸二正戊酯，应不含有干扰分析的杂质。

#### 4.4.3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器；

色谱工作站或数据处理机；

色谱柱：DB-5，$\phi$0.32 mm ×30 m，膜厚 0.50 μm；

微量进样器：10.0 μL。

#### 4.4.4 气相色谱操作条件

载气：氮气　柱前压：100 kPa

氢气：30 mL/min；

空气：300 mL/min；

柱温：程序升温，初始温度 220 ℃，保持 10 min，20 ℃/min 升至 260 ℃，保持 8 min；

汽化温度：260 ℃；

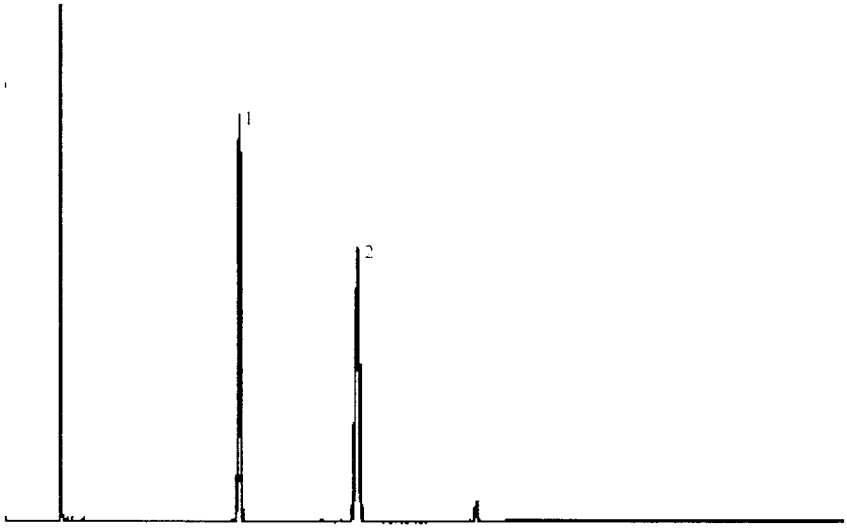
检测温度：280 ℃；

分流比：50∶1

进样体积：1 μL

保留时间：禾草丹 5.6 min、邻苯二甲酸二正戊酯 8.4 min。

上述操作参数是典型的，可根据不同仪器特点，对给定的操作参数作适当调整，以期获得最佳结果。典型的禾草丹原药气相色谱图见图 2。




1 禾草丹；

2 内标物(邻苯二甲酸二正戊酯)。

**图 2 禾草丹原药的气相色谱图**

#### 4.4.5 测定步骤

##### 4.4.5.1 标样溶液的制备

称取约 0.12 g(精确至 0.000 1 g)禾草丹标样和 0.1 g 邻苯二甲酸二正戊酯(精确至 0.000 1 g)置于 25 mL 容量瓶中，用丙酮稀释至刻度，摇匀，备用。

##### 4.4.5.2 试样溶液的制备

称取约含 0.12 g(精确至 0.000 1 g)禾草丹的试样和 0.1 g 邻苯二甲酸二正戊酯(精确至0.000 1 g)置于 25 mL 容量瓶中，用丙酮稀释至刻度，摇匀，备用。

##### 4.4.5.3 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，计算各针禾草丹与内标物峰面积之比重复性，直至相邻两针禾草丹与内标物峰面积之比的相对变化小于 1.0 %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溶液前后两针标样溶液中禾草丹与内标物峰面积之比，分别进行平均。试样中禾草丹的质量分数 $w_1$(%)按式(1)计算：

$$w_1 = \frac{r_2 m_1 m_y w}{r_1 m_2 m_s} \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：

$w_1$——试样中禾草丹的质量分数，以%表示；

$r_2$——试样溶液中，禾草丹与内标物峰面积比的平均值；

$m_1$ ——标样的质量，单位为克(g)；

$m_y$ 试样溶液中，内标物的质量，单位为克(g)；

$w$ 禾草丹标样的质量分数，以%表示；

$r_1$ 标样溶液中，禾草丹与内标物峰面积比的平均值；

$m_2$ 试样的质量，单位为克(g)；

$m_s$ 标样溶液中，内标物的质量，单位为克(g)。

#### 4.4.6 允许差

禾草丹质量分数两次平行测定结果之差，应不大于1.0%，取其算术平均值作为测定结果。

### 4.5 水分

按GB/T 1600中的卡尔·费休法进行测定。

### 4.6 酸度的测定

称取试样4 g～5 g(精确至0.000 1 g)，置于一个250 mL锥形瓶中，加入95%乙醇50 mL，摇动使试样溶解。加入3滴～5滴混合指示剂，按GB/T 28135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、包装

禾草丹原药标志、标签、包装应符合GB 3796的规定。禾草丹原药包装应用干净、内涂保护层的铁桶包装，每桶净含量不大于200 kg，也可根据用户要求或订货协议采用其它形式的包装，但需符合GB 3796的规定。

### 5.2 贮运

禾草丹原药包装件应贮存在通风、干燥的库房中。贮运时，严防潮湿、日晒，保持良好通风，不得与食物、种子、饲料混放，避免与皮肤接触，防止由口鼻吸入。产品在运输过程中包装件装卸时不能摔、滚和倒置等。

### 5.3 安全

禾草丹属于低毒性除草剂。使用本品时应戴好防护手套、面具，穿干净的防护服，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。中毒者应立即送医院对症治疗。

### 5.4 验收期

禾草丹原药的验收期为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）
## 禾草丹的其他名称、结构式和基本物化参数

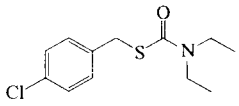
本产品有效成分禾草丹的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO 通用名称：thiobencarb

CAS 登记号：28249-77-6

化学名称：*S*-[(4-氯苯基)甲基]二乙基硫代氨基甲酸酯

结构式：




实验式：$C_{12}H_{16}ClNOS$

相对分子质量：257.8（按 2009 年国际相对原子质量计）

生物活性：除草

沸点：126 ℃～129 ℃（1.07 kPa）

蒸气压（25 ℃）：2.2 mPa；

相对密度：1.145～1.180（20 ℃）

溶解度（20 ℃）：水 30 mg/L，易溶于丙酮、乙醇、乙醚、二甲苯、乙腈、正己烷

稳定性：在 pH 5～9 水溶液中稳定 30 天，对光稳定