中华人民共和国化工行业标准

HG 2207—91

甲 霜 灵 粉 剂

1 主题内容与适用范围

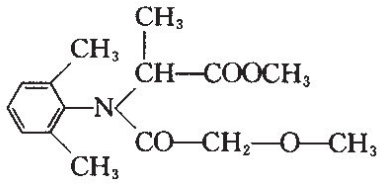
本标准规定了甲霜灵粉剂的技术要求、检验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存要求。

本标准适用于甲霜灵原药经填料吸附、稀释加工制成的粉剂。

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 1600 农药水分测定方法

GB 1601 农药氢离子浓度测定方法

GB 1605 商品农药采样方法

HG 2—896 农药粉剂细度测定方法

3 技术要求

3.1 外观：浅灰黄色或玫瑰红色疏松粉末。

3.2 甲霜灵粉剂应符合下列技术要求：

项 目		指 标
甲霜灵含量，%(m/m)		$35.0^{+2.0}_{-1.0}$
水分，%(m/m)	≤	4.0
pH 值		5～8
细度(通过 43μm 孔径筛)，%(m/m)	≥	98

中华人民共和国化学工业部 1991-11-18 批准　　1992-07-01 实施

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≥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180～250μm或上试102白色硅烷化担体，粒径180～250μm；

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 000mm、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180～250μm(或上试102白色硅烷化担体，粒径180～250μm)填充物；

微量注射器：1μL；

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4gChromosorb 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℃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20mL/min的流速通载气，于240℃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℃；

汽化室 250℃；

检测室 250℃。

气流速度：

载气(N_2) 40mL/min；

氢气 50mL/min；

空气 500mL/min。

记录纸速度：

4mm/min。

进样体积：

0.2μL。

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。

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 的甲霜灵粉剂试样，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：

$$f=\frac{m_i \cdot \overline{A}_s \cdot w}{m_s \cdot \overline{A}_i} \quad \cdots\cdots (1)$$

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；

$\overline{A}_i$、$\overline{A}_s$——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：

$$x_1=\frac{f \cdot m_s \cdot \overline{A}_i}{m_i \cdot \overline{A}_s}\times 100 \quad \cdots\cdots (2)$$

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；

$\overline{A}_i$、$\overline{A}_s$——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 0.6%。

4.2　水分的测定

按 GB 1600 中的“共沸蒸馏法”测定。

4.3　pH 值的测定

按 GB 1601 中的“pH 计法”测定。

4.4 细度的测定

按 HG 2—896 中的方法测定。

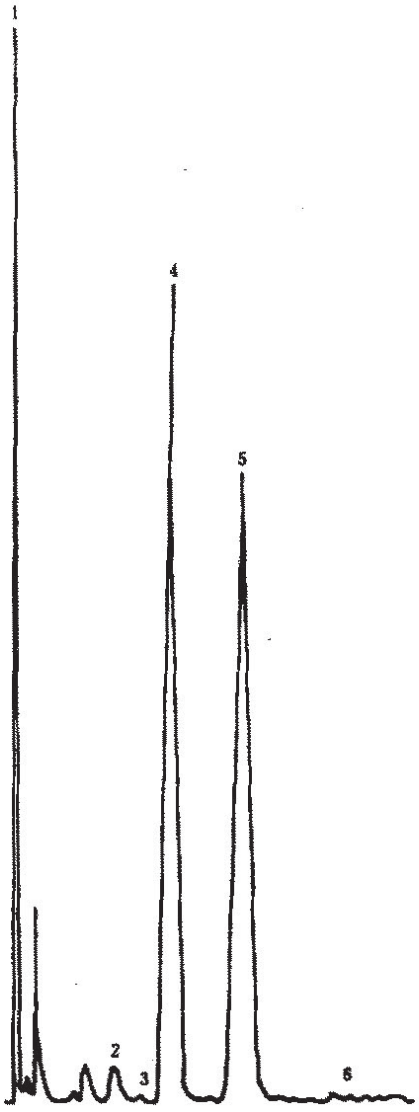


图 1 甲霜灵粉剂气相色谱图

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

5 检验规则

5.1 甲霜灵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粉剂都符合本标准要求。每批甲霜灵粉剂出厂时，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质量证明。

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。