中华人民共和国化工行业标准

HG 2215—91

10% 禾草丹颗粒剂

1 主题内容与适用范围

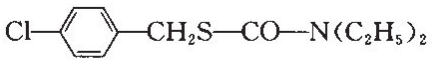
本标准规定了10%禾草丹颗粒剂的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存要求。

本标准适用于以挤压造粒吸附法工艺，加工制成的10%禾草丹颗粒剂。

有效成分：禾草丹

化学名称：N，N-二乙基硫赶氨基甲酸对氯苄酯。

结构式：



分子式：$C_{12}H_{16}NOSCl$

相对分子质量：257.78（按1987年国际相对原子质量）

2 引用标准

GB 1600 农药水分测定方法

GB 1601 农药氢离子浓度测定方法

GB 1604 农药验收规则

GB 1605 商品农药采样方法

GB 3796 农药包装通则

3 技术要求

3.1 外观：蓝绿色或灰色柱状松散颗粒。

3.2 10%禾草丹颗粒剂还应符合下列指标要求：

项　　目		指　　标
禾草丹含量，%(*m*/*m*)		$10.0^{+0.8}_{-0.4}$
筛析（通过2.0mm留在450μm标准筛的试样量所占称样量的比），%(*m*/*m*)	≥	90
强度，%(*m*/*m*)	≥	90
pH值范围		6～9
水分，%(*m*/*m*)	≤	3.0
水中崩解性(min)	≤	10

4 试验方法

4.1 禾草丹含量的测定

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

4.1.1 试剂和溶液

三氯甲烷(GB 682)；

禾草丹标准样，已知含量；

邻苯二甲酸二丙烯酯：内标物(无干扰该气相色谱分析的杂质)；

二乙二醇已二酸酯(DEGA)：色谱固定液；

chromosorb W·AW-DMCS，150～180μm(80～100目)，色谱用载体；

内标溶液：0.3mg/mL 邻苯二甲酸二丙烯酯三氯甲烷溶液。

4.1.2 仪器

气相色谱仪：氢火焰离子化检测器；

记录仪或电子数字积分仪；

色谱柱：长 1000mm、内径 3mm 不锈钢柱，内装 5%DEGA/chromosorb W·AW-DMCS 150～180μm(80～100目)的填充物；

微量进样器：10μL；

离心分离机。

4.1.3 操作步骤

4.1.3.1 色谱柱的制备

a. 固定液的涂渍：称取二乙二醇已二酸酯 0.500g，置于一个 250mL 烧杯中，加入 50mL 丙酮，搅拌使固定液完全溶解。按固定液欲配制的浓度加入确定量的载体(约 10g)，使其被固定液所浸没。用蒸汽浴或红外灯加热，并不时地轻摇烧杯，直至溶剂挥发近干，再置于 105℃烘箱中干燥 2h。

b. 色谱柱的填充：在洗净烘干的不锈钢柱入口端接一小漏斗，出口端填塞适量玻璃棉并裹以纱布，通过胶管与真空泵相连。开启真空泵，从漏斗处分次加入柱填充物，同时不断轻敲柱壁，使填充物均匀、紧密地填满色谱柱。柱入口端也塞一小团玻璃棉，并适当压紧，以保持填充物不被移动。

c. 色谱柱的老化：将色谱柱入口端与气相色谱仪的汽化室相连，出口端不接检测器，以大约 15mL/min 的载气流量，分阶段升温至 200℃，并在此温度下至少老化 20h，降温后，将柱出口端与检测器相连。

4.1.3.2 气相色谱操作条件

温度：

柱室　180±5℃；

汽化室　240℃；

检测器　280℃。

气体流速：

载气(N_2)30～40mL/min；

氢气　30mL/min；

空气　300mL/min。

进样量：

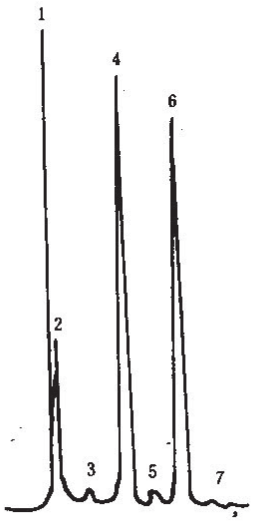
0.6～1.0μL。

保留时间：(min)：

禾草丹　7.29；

2-氯异构体　6.05；

邻苯二甲酸二丙烯酯　4.12。



禾草丹颗粒剂气相色谱图

1—溶剂；4—邻苯二甲酸二丙烯酯；5—2-氯异构体；6—禾草丹

4.1.3.3 标样溶液的制备

准确称取禾草丹标样 0.075g(精确至 0.000 1g,)置于容量 15mL 的具塞玻璃瓶中，用移液管加入 10mL 内标溶液，摇匀。

4.1.3.4 试样溶液的配制：

取有代表性的禾草丹颗粒剂试样约 20g，置于研钵中研细，准确称取研细的试样 0.75g，精确至 0.000 1g，置于 10mL 离心管中，用制备标样溶液同一支移液管加入 10mL 内标溶液，加塞，充分振摇 15min，静置(或离心分离)，取上层清液进行分析。

4.1.3.5 测定

待仪器稳定后，注入数针标样溶液，直至相邻两针的峰高比基本稳定后，按下列顺序进样分析：

a. 标样溶液；

b. 试样溶液；

c. 试样溶液；

d. 标样溶液。

两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液，禾草丹与内标物峰高比之差，除以其平均值，应不大于 1.2%。否则，应重复进样。

4.1.4 计算

将求得的 a、d 和 b、c 的峰高比，分别进行平均，禾草丹质量百分含量 X_1，按式(1)计算：

$$X_1=\frac{r_1 \cdot m_2 \cdot w}{r_2 \cdot m_1} \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：r_1——试样溶液的色谱图上，禾草丹与内标物峰高比的平均值；

r_2——标样溶液的色谱图上，禾草丹与内标物峰高比的平均值；

m_1——禾草丹试样的质量，g；

m_2——禾草丹标样的质量，g；

w——禾草丹标样的百分含量，%(m/m)。

允许差：两次平行测定结果的差值，应不大于 0.5%。

4.2 筛析

4.2.1 仪器

标准筛：孔径 2mm 和 450μm 的双层筛，并配有筛底和筛盖。

4.2.2 测定

称取试样 50g，精确至 0.1g，放入上层孔径是 2mm、下层孔径为 450μm 的标准筛中，振筛 1min（每 2s 一个来回），称量 450μm 标准筛中的颗粒质量。粒度质量百分率 X_2 按式(2)计算：

$$X_2=\frac{m_1}{m}\times 100 \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：m_1——450μm 标准筛中的颗粒质量，g；

m——试样质量，g。

4.3 强度的测定

4.3.1 仪器

平型回转球磨机：转速可调；

料罐：陶瓷或铁制，内径 100mm，内深 100mm；

瓷球：3 个，直径 30±2mm，每个球的质量 35±3g。

4.3.2 测定步骤

称取按 4.2 条筛析合格的试样 100g，精确至 0.1g，置于料罐中，调正转速为 75r/min，球磨 15min，将全部物料（包括粉末）取出，再次通过 450μm 标准筛（与筛析振筛次数一致）。将筛下试样称量，强度 X_3 按式(3)计算：

$$X_3=\frac{m-m_1}{m}\times 100 \quad \cdots\cdots (3)$$

式中：m——试样质量，g；

m_1——球磨后，筛下试样量，g。

4.4 pH 的测定

按 GB 1601 中的 pH 计法进行测定，称样量为 10g。

4.5 水分的测定

按 GB 1600 中的共沸蒸馏法进行测定。

4.6 水中崩解性

4.6.1 仪器

培养皿，内径 100mm；

秒表。

4.6.2 测定

将培养皿中充满水，放入 10 粒试样，开动秒表，观察崩解情况，10min 内，全部崩解为合格。

5 验收规则

5.1 采样方法按 GB 1605 进行。

5.2 验收规则，按 GB 1604 中的有关规定验收。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 本产品的标志和包装，应符合 GB 3796 中的有关规定。

6.2 10%禾草丹颗粒剂用聚丙烯（或聚氯乙烯）塑料编织袋内衬聚乙烯塑料袋包装，每袋净质量应不超过 25kg。

6.3 贮运时，应严防潮湿和日晒，保持通风良好，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。

6.4 在正常贮运条件下，本产品保证期为 2 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。

本标准主要起草人侯宇凯、张云真、陈桂发、邢红、刘国秀。