ICS 65.100
G 25
备案号:10935—2002

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG 3298—2002
代替 HG 3298—1990

甲草胺原药

Alachlor Technical

2002-09-28 发布　　2003-06-01 实施

中华人民共和国国家经济贸易委员会 发布

前　言

本标准的第3章、第5章是强制性的，其余是推荐性的。

本标准代替强制性化工行业标准 HG 3298—1990《甲草胺原药》。

本标准与 HG 3298—1990 的主要技术差异为：

——取消了分等分级。

——甲草胺质量分数由大于等于 90.0%（优等器）、大于等于 80.0%（一等品）、大于等于 70.0%（合格品）改为大于等于 90.0%。

——增加了杂质伯酰胺质量分数控制指标和检验方法。

——水分由小于等于 0.3%改为小于等于 0.2%。

——丙酮不溶物由小于等于 0.15%（优等品、一等品）、小于等于 0.3%（合格品）改为小于等于 0.2%。

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(CSBTS/TC133)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：南通江山农药化工股份有限公司。

本标准主要起草人：姜敏怡、邢君、吕胜哉。

本标准于 1990 年首次发布。

本标准为第一次修订。

本标准委托全国农药标准化技术委员会秘书处负责解释。

甲草胺原药

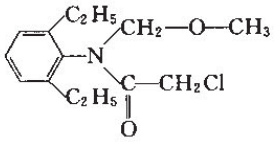
该产品有效成分甲草胺的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO 通用名称：Alachlor

CIPAC 数字代号：204

化学名称：*N*-(2,6-二乙基苯基)-*N*-甲氧基甲基氯乙酰胺

结构式：



实验式：$C_{14}H_{20}ClNO_2$

相对分子质量：269.77(按 1997 年国际相对原子质量计)

生物活性：除草

蒸气压(25℃)：2.1 mPa

相对密度(25℃)：1.125

闪点：>135℃

溶解度(25℃)：水中 242 mg/L；溶于乙醚、丙酮、苯、三氯甲烷、乙醇和乙酸乙酯，微溶于正己烷

稳定性：对紫外光稳定；105℃开始分解；土壤中残留时间 42 d～70 d

1 范围

本标准规定了甲草胺原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由甲草胺及其生产中产生的杂质组成的甲草胺原药。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

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 商品农药采样方法

GB 3796 农药包装通则

3 要求

3.1 外观：应是稳定的稠状液体或半固体。

3.2 甲草胺原药控制项目指标应符合表 1 要求

表 1　甲草胺原药控制项目指标

项　　目		指　　标
甲草胺质量分数，%	≥	90.0
N-(2,6-二乙基)-*N*-氯乙酰胺(简称伯酰胺)质量分数，%	≤	3.0
水分，%	≤	0.2
酸度(以 H_2SO_4 计)，%	≤	0.2
丙酮不溶物质量分数，%	≤	0.2

4　试验方法

4.1　抽样

按照 GB/T 1605 中“商品原药采样”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：本鉴别试验可与甲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甲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：试样与标样在 4 000 cm^{-1}～400 cm^{-1} 波数范围内的红外光谱图应没有明显的差异。甲草胺标样的红外光谱图见图 1。

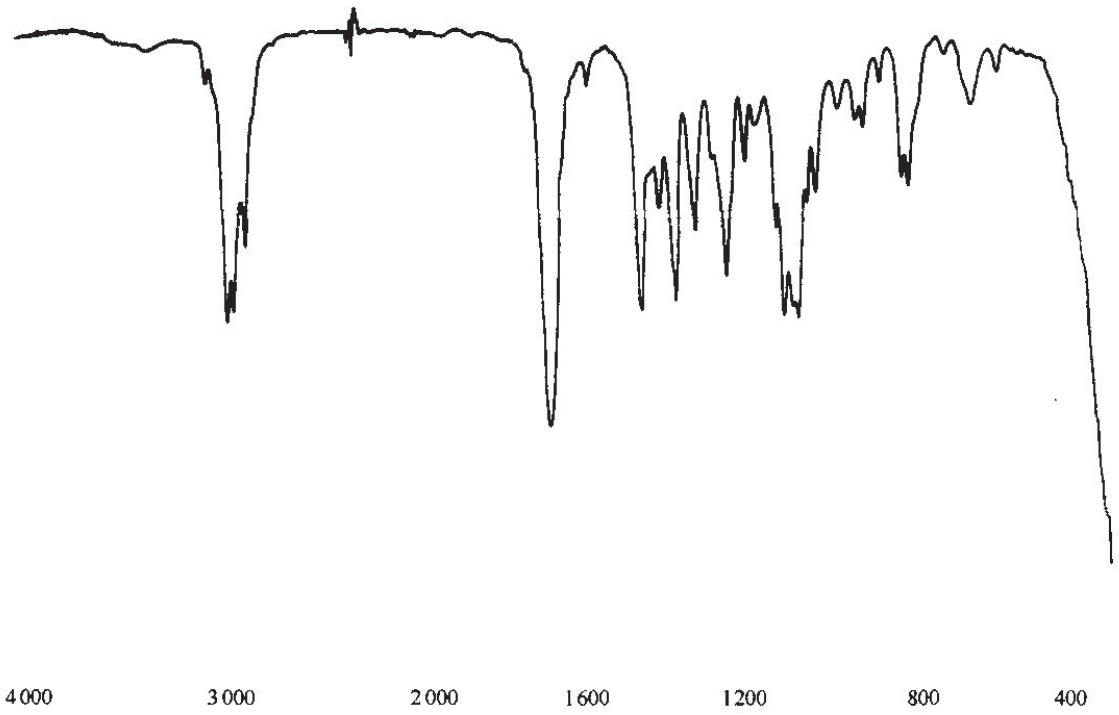


图 1　甲草胺标样红外光谱图

4.3　甲草胺质量分数和伯酰胺质量分数的测定

4.3.1　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 MDCS(180 μm～250 μm)为填充物的玻璃柱和氢火焰离子化检测器，对试样中的甲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。

甲草胺标样：已知质量分数大于等于 99.0%。

内标物：邻苯二甲酸二正戊酯，应没有干扰分析的杂质。

固定液：SE-30。

载体：Chromosorb W-HP DMCS(180 μm～250 μm)。

内标溶液：称取邻苯二甲酸二正戊酯 3.2 g，置于 200 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：1 m×3 mm(id)玻璃柱。

柱填充物：SE-30 涂渍在 Chromosorb W-HP DMCS(180 μm～250 μm)上，固定液：(固定液＋载体)＝5：100。

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，充分振动，使之混合均匀并使溶剂挥发近干，再将烧杯放入 110℃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 10 mL/min 的流量通入载气(N_2)，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

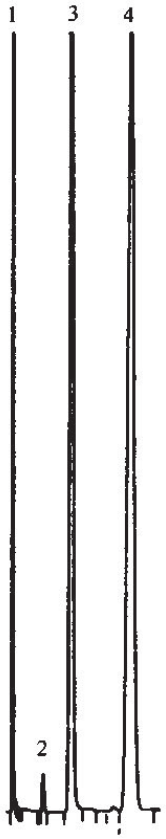
温度(℃)：柱温 180，气化室 220，检测器室 260。

气体流量(mL/min)：载气(N_2)30，氢气 30，空气 300。

进样量(μL)：1.0。

保留时间(min)：伯酰胺 1.6，甲草胺 3.1，内标物 7.5。

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。典型的甲草胺原药气相色谱图见图 2。



1—溶剂；2—伯酰胺；3—甲草胺；4—内标物

图 2　甲草胺原药与内标物的气相色谱图

4.3.6　测定步骤

4.3.6.1　标样溶液的配制

称取甲草胺标样 0.1 g(精确至 0.000 2 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

称取含甲草胺约 0.1 g 的试样(精确至 0.000 2 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，待相邻两针甲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　甲草胺质量分数的计算

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中甲草胺与内标物峰面积之比，分别进行平均。

试样中的甲草胺质量分数 w_1(%)，按式(1)计算：

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

式中：

r_1——标样溶液中，甲草胺与内标物峰面积比的平均值；

r_2——试样溶液中，甲草胺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_2——试样的质量，单位为克(g)；

P——标样中甲草胺的质量分数，以%表示。

4.3.7.2 伯酰胺质量分数的计算

将测得的两针试样溶液中伯酰胺与甲草胺峰面积之比，进行平均。

试样中的伯酰胺质量分数 w_2(%)，按式(2)计算：

$$w_2=\frac{A_2 f_2}{A_1}\times w_1 \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：

A_1——试样溶液中，甲草胺的峰面积的平均值；

A_2——试样溶液中，伯酰胺的峰面积的平均值；

w_1——试样中甲草胺的质量分数，以%表示；

f_2——伯酰胺对甲草胺的相对校正因子(=1.204)。

4.3.8 允许差

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

4.4 水分的测定

按GB/T 1600中“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

丙酮。

氢氧化钠标准滴定溶液 c(NaOH)=0.02 mol/L；按GB/T 601配制。

缓冲溶液：将120 g/L乙酸溶液100 mL和40 g/L氢氧化钠溶液100 mL混合，用无离子水稀释到1 000 mL。

4.5.2 仪器

pH计：准确至±0.1 pH，需有温度补偿或温度校正图表。

电磁搅拌。

玻璃电极：使用前需在蒸馏水中浸泡24 h。

饱和甘汞电极。

4.5.3 测定步骤

使用上述电极和pH计，在20℃时测定50 mL重蒸馏丙酮和5 mL缓冲溶液的混合液的pH值。

称取试样10 g(精确至0.01 g)放入100 mL烧杯中，用50 mL重蒸馏丙酮溶解，加5 mL缓冲液，混合均匀。在于上述相同的条件下，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定到20℃时丙酮-缓冲溶液混合液的pH值即为终点。

4.5.4 计算

以硫酸(H_2SO_4)的质量分数表示的试样酸度 w_3(%)，按式(3)计算：

$$w_3=\frac{c(V_1-V_0)\times 0.049}{m}\times 100 \quad \cdots\cdots (3)$$

式中：

c——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

V_1——滴定试样溶液，消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V_0——滴定空白，消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

m——试样质量，单位为克(g)；

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

质量。

4.6 丙酮不溶物质量分数的测定

4.6.1 仪器和试剂

玻璃砂芯坩埚：G3。

抽滤瓶：500 mL。

烘箱。

丙酮。

4.6.2 测定步骤

称取试样 10 g(精确至 0.01 g)于 200 mL 烧杯中，加入 140 mL 丙酮，充分摇荡至可溶物全部溶解，通过已恒重的坩埚抽滤，再用 60 mL 丙酮，分三次洗涤烧杯，并抽滤。将坩埚置于 110℃烘箱中烘至恒重(精确至 0.000 2 g)，取出放于干燥器中冷却，称量。

4.6.3 计算

试样中丙酮不溶物的质量分数 w_4(%)，按式(4)计算：

$$w_4=\frac{m_1-m_0}{m_2}\times 100 \quad \cdots\cdots (4)$$

式中：

m_1——恒重后坩埚与丙酮不溶物的总质量，单位为克(g)；

m_0——恒重后坩埚的质量，单位为克(g)；

m_2——试样的质量，单位为克(g)。

4.7 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 甲草胺原药的标志、标签和包装，应符合 GB 3796 的规定。

5.2 甲草胺原药应用镀锌铁桶、内涂保护层的钢桶包装，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，但要符合 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 安全：甲草胺属低毒除草剂，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。

5.7 验收期：甲草胺原药验收期为一个月。从交货之日起，在一个月内，完成产品质量验收，其各项指标应符合标准要求。