

ICS 65.100.20
G 25



中华人民共和国国家标准

GB 20691—2006

乙草胺原药

Acetochlor technical

2006-08-24 发布

2007-04-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准的第3章、第5章为强制性的,其余为推荐性的。

本标准的附录A是资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会(CSBTS/TC 133)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:大连瑞泽农药股份有限公司、南通江山农药化工股份有限公司、江苏绿利来股份有限公司。

本标准主要起草人:王玉范、张雪冰、王天斌、王志敏、袁伟健。

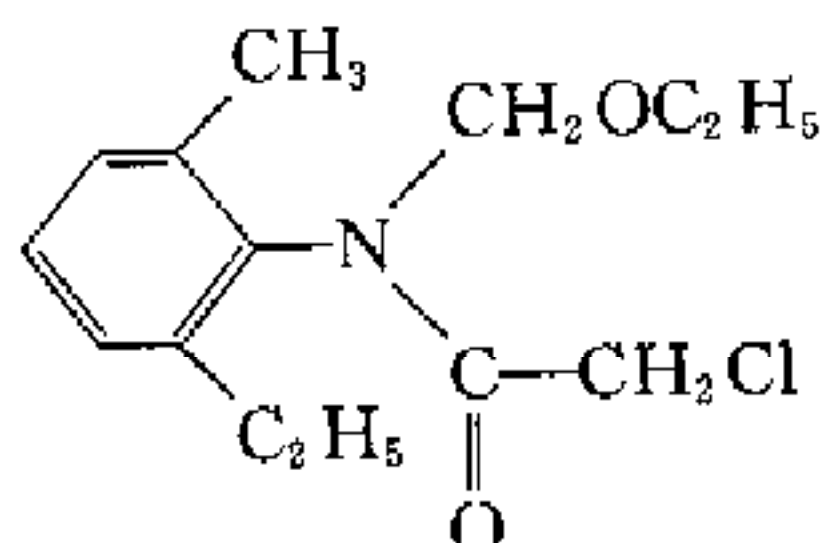
乙草胺原药

该产品有效成分 乙草胺的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO 通用名称：Acetochlor

化学名称：2'-乙基-6'-甲基-N-(乙氧甲基)-2-氯代乙酰替本胺。

结构式：



实验式： $C_{14}H_{20}ClNO_2$

相对分子质量：269.8(按 2001 年国际相对原子质量计)。

生物活性：除草。

熔点： $<0^{\circ}C$ 。

沸点： $162^{\circ}C/0.93\text{ kPa}$ 。

蒸气压($25^{\circ}C$)： $4.5 \times 10^{-3}\text{ mPa}$ 。

密度($30^{\circ}C$) 1.110 g/cm^3 。

溶解度($25^{\circ}C$)：水中 223 mg/L, 溶于乙醚、丙酮、苯、三氯甲烷、乙醇、乙酸乙酯、甲苯。

稳定性：在 $20^{\circ}C$ 条件下, 可贮存 2 年以上。

1 范围

本标准规定了乙草胺原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由乙草胺及其生产中产生的杂质组成的乙草胺原药。

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 1600 农药水分测定方法
- GB/T 1601 农药 pH 值的测定方法
- 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

3 要求

3.1 组成和外观：本品应由乙草胺和相关的生产杂质组成, 应为稳定的均相液体, 无可见的外来物和添加的改性剂。

3.2 乙草胺原药应符合表 1 要求。

表 1 乙草胺原药控制项目指标

项 目	指 标
乙草胺质量分数/%	≥ 93.0
2-氯-2'-甲基-6'-乙基替苯胺(简称伯酰胺)质量分数 ^a /%	≤ 2.0
pH 值范围	3.5~7.0
水分/%	≤ 0.3
^a 2-氯-2'-甲基-6'-乙基替苯胺(简称伯酰胺)质量分数,在正常生产情况下,每 3 个月至少检验一次。	

4 试验方法

4.1 抽样

按照 GB/T 1605—2001 中“液体制剂采样”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

气相色谱法——本鉴别试验可与乙草胺质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液某一色谱峰的保留时间与标样溶液中乙草胺色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

红外光谱法——试样中分离的有效成分与标样在 $4\,000\text{ cm}^{-1}$ ~ 400 cm^{-1} 波数范围内的红外光谱图应没有明显的差异。乙草胺标样的红外标准谱图见图 1。

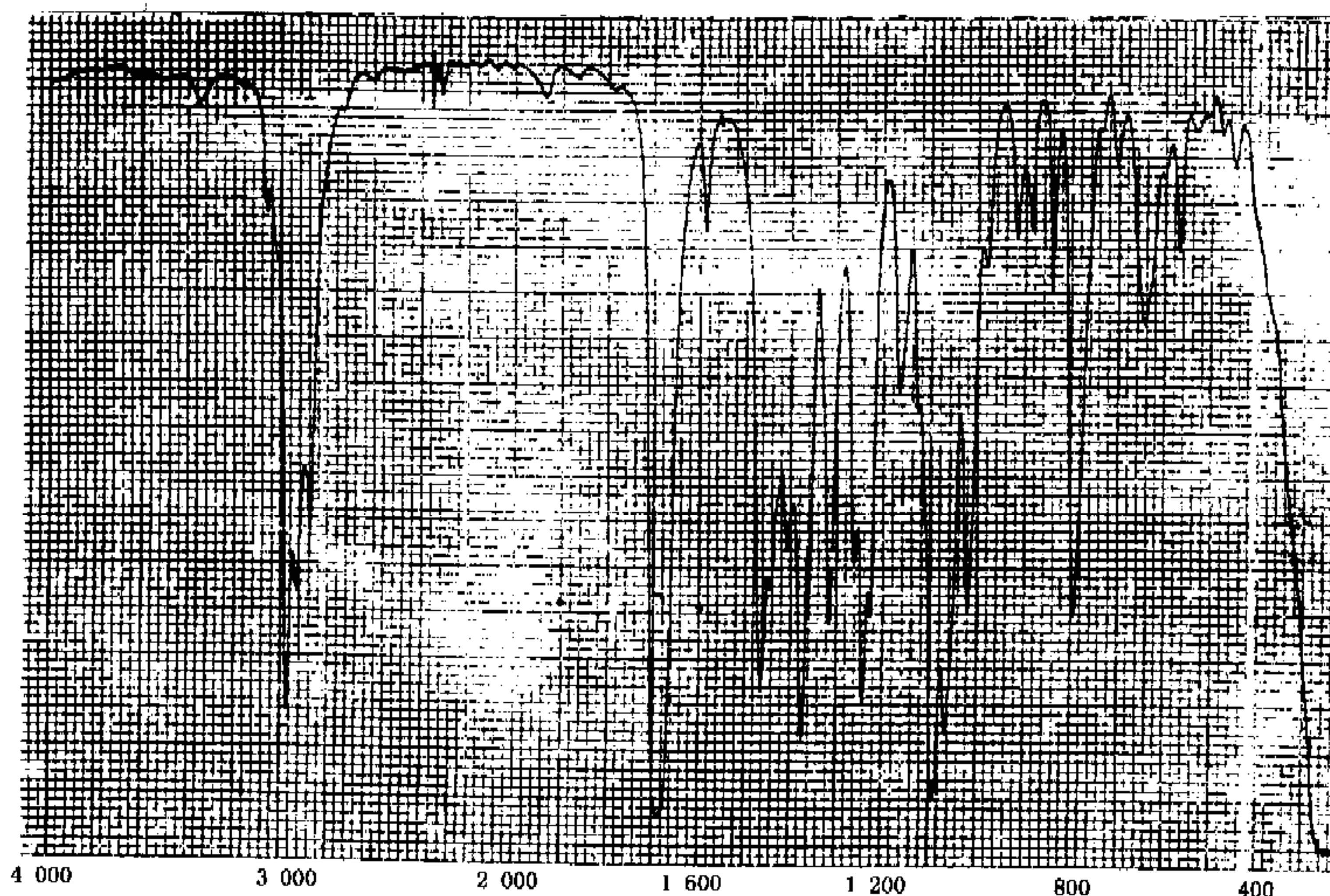


图 1 乙草胺标样的红外光谱图

4.3 乙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%OV-101/ChromosorbW-HP 为填充物的玻璃柱(或不锈钢柱)和氢火焰离子化检测器,对试样中的乙草胺和伯酰胺进行气相色谱分离和测定。此方法为填充柱法(仲裁法)。

也可使用毛细管气相色谱法测定,色谱操作条件参见附录 A。

4.3.2 试剂和溶液

三氯甲烷;

邻苯二甲酸二正戊酯:色谱纯;

乙草胺标样:已知质量分数 $\geq 98.0\%$;

伯酰胺标样:已知质量分数 $\geq 98.0\%$;

内标溶液:称取 8.0 g 的邻苯二甲酸二正戊酯,置于 1 000 mL 容量瓶中,用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;

色谱数据处理机或色谱工作站;

色谱柱:3 mm(i. d.) \times 2 m 玻璃柱,内装 5%OV-101/Chromosorb W-HP 填充物(或具有相同柱效的其他色谱柱);

微量进样器:10 μ L。

4.3.4 气相色谱操作条件

柱温:200 $^{\circ}$ C;

气化室:280 $^{\circ}$ C;

检测室:280 $^{\circ}$ C;

气体流速(mL/min):载气(氮气)30、氢气 30、空气 300;

进样体积:(μ L)1.0;

保留时间(min):伯酰胺约 2.5,乙草胺约 5.3,内标物(邻苯二甲酸二正戊酯)约 12.3。

上述气相色谱操作条件,系典型操作参数。可根据不同仪器特点,对给定的操作参数作适当调整,以期获得最佳效果。典型的乙草胺原药的气相色谱图见图 2。

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液的配制

称取乙草胺标样 0.09 g(精确至 0.000 2 g),置于 15 mL 具塞玻璃瓶中,同时称取伯酰胺 0.001 g(精确至 0.000 01 g),置于同一玻璃瓶中,用移液管准确移入 10 mL 内标液,摇匀。

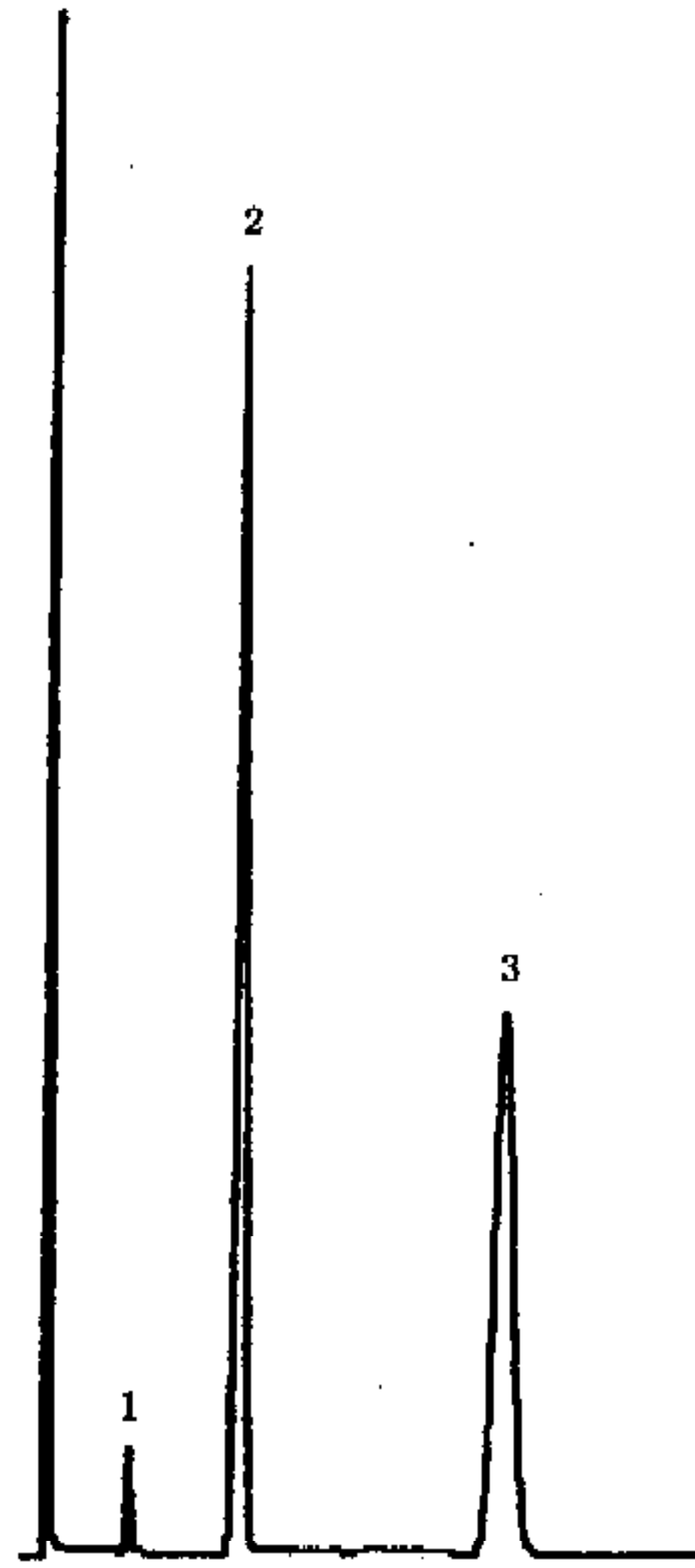
4.3.5.2 试样溶液的配制

称取约含乙草胺 0.09 g 的试样(精确至 0.000 2 g),置于 15 mL 具塞玻璃瓶中,用 4.3.5.1 中使用的同一支移液管准确移入 10 mL 内标液,摇匀。

4.3.5.3 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,计算各针乙草胺与内标物峰面积之比的重复性,待相邻两针乙草胺与内标物峰面积的比的相对变化小于 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。

乙草胺原药气相色谱图见图 2。



- 1——伯酰胺；
- 2——乙草胺；
- 3——内标物(邻苯二甲酸二正戊酯)。

图 2 乙草胺原药气相色谱图

4.3.6 计算

4.3.6.1 乙草胺(伯酰胺)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乙草胺(伯酰胺)和内标物的峰面积比分别进行平均。试样中乙草胺(伯酰胺)的质量分数 w_1 (%)，按式(1)计算：

$$w_1 = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot w}{r_1 \cdot m_2} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

- r_1 ——标样溶液中，乙草胺(伯酰胺)与内标物峰面积比的平均值；
- r_2 ——试样溶液中，乙草胺(伯酰胺)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)；
- w ——乙草胺(伯酰胺)标样中乙草胺(伯酰胺)的质量分数，%。

4.3.7 允许差

两次平行测定结果之差，乙草胺应不大于 1.5%，取其算术平均值作为测定结果。

4.4 水分的测定

按 GB/T 1600 中的“卡尔·费休”法进行。

4.5 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.6 产品的检验与验收

应符合 GB/T 1604 的规定。极限数值的处理采用修约值比较法。

5 标志、标签、包装、贮运

- 5.1 乙草胺原药的标志、标签和包装,应符合 GB 3796 的规定。
- 5.2 乙草胺原药应用干净、内涂保护层的铁桶包装,每桶净含量不超过 200 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:乙草胺属低毒除草剂。使用本品应带防护手套。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:乙草胺原药的验收期为一个月。从交货之日起,在一个月內完成产品质量验收,各项指标应符合本标准要求。

附录 A
(资料性附录)

乙草胺质量分数和伯酰胺质量分数毛细管柱气相色谱测定方法

A.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 HP-5(5%二苯基+95%二甲基聚硅酮)涂壁的毛细管色谱柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的乙草胺和伯酰胺进行气相色谱分离和测定。

A.2 试剂和溶液

三氯甲烷;

乙草胺标样:已知质量分数 $\geq 98.0\%$;

伯酰胺标样:已知质量分数 $\geq 98.0\%$;

邻苯二甲酸二正戊酯:不应含有干扰分析的杂质;

内标溶液:称取 8.0 g 的邻苯二甲酸二正戊酯,置于 1 000 mL 容量瓶中,用三氯甲烷溶解并稀释至刻度,摇匀。

A.3 仪器

气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器;

色谱柱:30 m \times 0.32 mm(i. d.)双联毛细柱,内壁涂 HP-5(5%二苯基+95%二甲基聚硅酮),膜厚 0.25 μ m;

色谱数据处理机或色谱工作站。

A.4 气相色谱操作条件

温度($^{\circ}$ C):柱温 200,气化室 280,检测器室 280;

气体流量(mL/min):载气(N_2)2.0、氢气 30、空气 300、补偿气(N_2)25;

分流比:40:1;

进样量(μ L):1.0;

保留时间(min):伯酰胺约 2.7,乙草胺约 4.6,内标物约 10.0。

上述气液相色谱操作条件,系典型操作参数。可根据不同仪器特点,对给定的操作参数作适当调整,以期获得最佳效果。典型的乙草胺乳油毛细管柱气相色谱图见图 A.1。

A.5 测定步骤

A.5.1 标样溶液的配制

称取乙草胺标样 0.09 g(精确至 0.000 2 g),置于 15 mL 具塞玻璃瓶中,同时称取伯酰胺 0.001 g(精确至 0.000 01 g),置于同一玻璃瓶中,用移液管准确移入 10 mL 内标液,摇匀。

A.5.2 试样溶液的配制

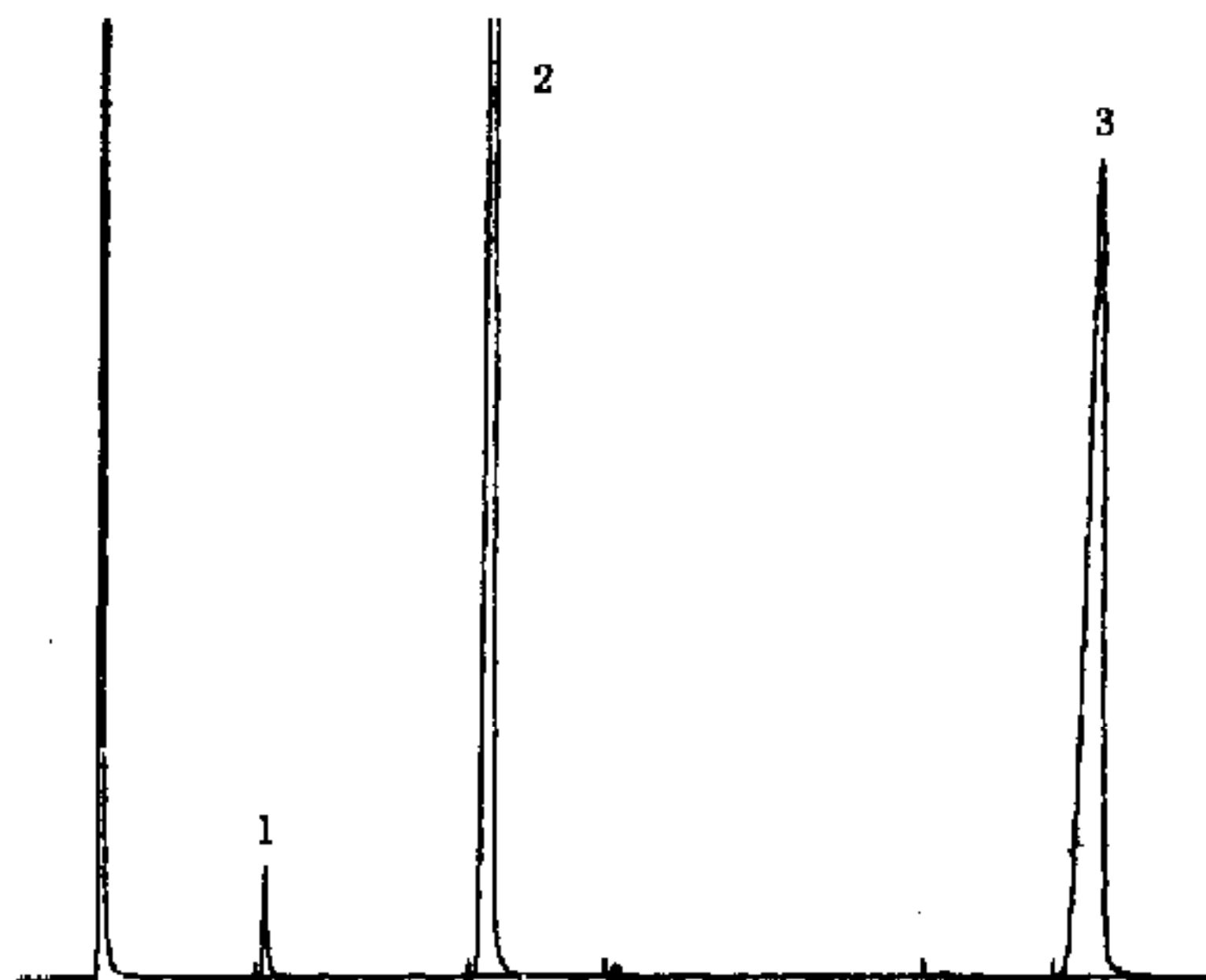
称取约含乙草胺 0.09 g 的试样(精确至 0.000 2 g),置于 15 mL 具塞玻璃瓶中,用 4.3.2.5.1 中使用的同一支移液管准确移入 10 mL 内标液,摇匀。

A.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,计算各针乙草胺与内标物峰面积

之比的重复性,待相邻两针乙草胺与内标物峰面积的比的相对变化小于 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。

毛细管柱气相色谱图见图 A.1。



- 1——伯酰胺;
2——乙草胺;
3——内标物(邻苯二甲酸二正戊酯)。

图 A.1 乙草胺原药毛细管柱气相色谱图

A.6 计算

A.6.1 乙草胺(伯酰胺)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乙草胺和内标物的峰面积比分别进行平均。试样中乙草胺(伯酰胺)的质量分数 w_1 (%)按式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot w}{r_1 \cdot m_2} \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

- r_1 ——标样溶液中,乙草胺(伯酰胺)与内标物峰面积比的平均值;
 r_2 ——试样溶液中,乙草胺(伯酰胺)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);
 w ——乙草胺(伯酰胺)标样中乙草胺(伯酰胺)的质量分数, %。

A.7 允许差

两次平行测定结果之差,乙草胺原药应不大于 1.5%,取其算术平均值作为测定结果。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
乙 草 胺 原 药
GB 20691—2006

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 14 千字

2007年3月第一版 2007年3月第一次印刷

*

书号:155066·1-29058 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB 20691-2006