

ICS 65.100.20
G 25



中华人民共和国国家标准

GB 24754—2009

GB 24754—2009

扑草净原药

Prometryn technical

中华人民共和国
国家标准
扑草净原药
GB 24754—2009

*

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

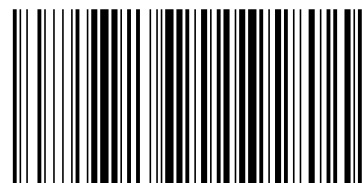
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 15 千字
2010年1月第一版 2010年1月第一次印刷

*

书号: 155066·1-39739 定价 16.00 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 24754—2009

2009-11-30 发布

2010-07-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

附录 A
(资料性附录)

扑草净质量分数填充柱气相色谱测定方法

A.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解,以三唑酮为内标物,使用聚乙二醇 20 M/Gas ChromQ 填充色谱柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的扑草净进行气相色谱分离和测定。

A.2 试剂和溶液

三氯甲烷;
三唑酮:应不含有干扰分析的杂质, $w \geq 95\%$;
扑草净标样:已知扑草净质量分数, $w \geq 99.0\%$;
内标溶液:称取 10.0 g 的三唑酮,置于 1000 mL 容量瓶中,用三氯甲烷溶解并稀释至刻度,摇匀。

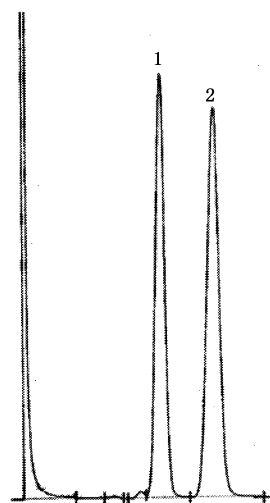
A.3 仪器

气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器;
色谱数据处理机或色谱工作站;
色谱柱:3%聚乙二醇 20 M/Gas ChromQ(80 目~100 目)不锈钢柱(或玻璃柱);
微量进样器:10 μL 。

A.4 气相色谱操作条件

温度($^{\circ}\text{C}$):柱温 200,气化室 230,检测器室 230;
气体流量(mL/min):载气(N_2)80、氢气 40、空气 400;
进样量(μL):1.0;
保留时间(min):扑草净 5.2,内标物约 7.0。

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。典型的扑草净原药与内标物填充柱气相色谱图见图 A.1。



1——扑草净;
2——内标物(三唑酮)。

图 A.1 扑草净原药与内标物填充柱气相色谱图

前 言

本标准的第 3 章、第 5 章是强制性的,其余是推荐性的。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准自实施之日起,原行业标准 HG 2201—1991《扑草净原药》作废。

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(SAC/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:云南省化工研究院。

本标准主要起草人:王玉范、张雪冰、陈萌、梁雪松。

之比的重复性,待相邻两针扑草净与内标物峰面积的比的相对变化小于1.2%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。

4.3.6 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扑草净与内标物的峰面积比分别进行平均。试样中扑草净的质量分数 w_1 (%),按式(1)计算:

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

式中:

r_1 ——标样溶液中,扑草净与内标物峰面积比的平均值;

r_2 ——试样溶液中,扑草净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 ——扑草净标样的质量分数,以%表示。

4.3.7 允许差

两次平行测定结果之差应不大于1.5%,取其算术平均值作为测定结果。

4.4 干燥减量的测定

4.4.1 仪器

称量瓶:内径50 mm,高30 mm。

烘箱:90 °C ± 2 °C。

干燥器。

4.4.2 测定步骤

将称量瓶放入烘箱中烘1 h,取出放置于干燥器内冷却至室温,称量(精确至0.000 2 g)。重复上述步骤,直至称量瓶恒重为止。取5.0 g试样于已烘至恒重的称量瓶中,铺平,称量(精确至0.000 2 g),将称量瓶和瓶盖分开置于烘箱中,烘1 h后,盖上盖,取出放入干燥器中冷却至室温后称量(精确至0.000 2 g)。

4.4.3 计算

干燥减量 w_2 (%)按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_1 ——烘干前试样和称量瓶的质量,单位为克(g);

m_2 ——烘干后试样和称量瓶的质量,单位为克(g);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

4.5 氯化钠质量分数的测定

4.5.1 试剂和溶液

丙酮;

硫酸溶液: $\rho(\text{H}_2\text{SO}_4) = 50\%$;

盐酸标准溶液: $c(\text{HCl}) = 0.1 \text{ mol/L}$,按 GB/T 601 制备和标定;

硝酸银标准滴定溶液: $c(\text{AgNO}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$,按 GB/T 601 制备和标定。

4.5.2 仪器

电位滴定仪;

电极:银-217 型甘汞电极,带氯化钾盐桥。

4.5.3 分析步骤

称取5.0 g试样(精确至0.000 2 g),于400 mL烧杯中,用50 mL丙酮溶解,加入200 mL水,用硫

扑草净原药

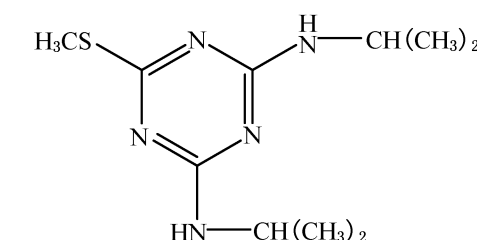
该产品有效成分扑草净的其他名称、结构式和基本物化参数如下:

ISO 通用名称:Prometryn

CIPAC 数字代码:93

化学名称:4,6-双异丙氨基-2-甲硫基均三嗪

结构式:



实验式: $\text{C}_{10}\text{H}_{19}\text{N}_5\text{S}$

相对分子质量:241.4(按2005年国际相对原子质量计)

生物活性:除草

熔点:118 °C ~ 120 °C

蒸气压(20 °C):0.133 mPa

溶解度(20 °C):水 33 mg/L;丙酮中 240 g/L;二氯甲烷中 300 g/L;己烷中 5.5 g/L;甲醇中 160 g/L;辛醇中 100 g/L;甲苯中 170 g/L

稳定性:在中性、微酸或微碱介质中(20 °C)对水解稳定。本品为碱性,土壤中 DT_{50} 40 d ~ 70 d

1 范围

本标准规定了扑草净原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由扑草净及其生产中产生的杂质组成的扑草净原药。

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 标准滴定溶液的制备

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 19138 农药丙酮不溶物测定方法

3 要求

3.1 外观:白色至灰白色粉末。

3.2 扑草净原药应符合表1要求。