

团 体 标 准

T/CCPIA 035—2020

莠灭净原药

Ametryn technical material

2020-02-25 发布

2020-02-25 实施

中国农药工业协会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由中国农药工业协会提出。

本标准由中国农药工业协会归口。

本标准起草单位：浙江中山化工股份有限公司、河北临港化工有限公司、山东潍坊润丰化工股份有限公司、浙江省农业科学院。

本标准主要起草人：俞建忠、赵学平、杨华春、张磊、辛亮、王婷婷。



CCPIA

莠灭净原药

1 范围

本标准规定了莠灭净原药的要求、试验方法、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运。本标准适用于由莠灭净及其生产中产生的杂质组成的莠灭净原药。

注：莠灭净的其他名称、结构式和基本物化参数参见附录A。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 601 化学试剂标准滴定溶液的制备

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

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 19138 农药丙酮不溶物测定方法

GB/T 30361—2013 农药干燥减量测定方法

3 要求

3.1 外观

白色至灰白色粉末，无外来可见杂质。

3.2 技术指标

莠灭净原药还应符合表1要求。

表1 莠灭净原药控制项目指标

项 目	指 标
莠灭净质量分数/%	\geq 95.0
氯化钠质量分数/%	\leq 1.0
干燥减量/%	\leq 1.0
丙酮不溶物 ^a /%	\leq 0.5
pH范围	6.0~9.0
^a 正常生产时,丙酮不溶物每3个月至少测定一次。	

4 试验方法

安全提示：使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规的规定。

4.1 一般规定

本标准所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中4.3.3进行。

4.2 抽样

按 GB/T 1605—2001 中的5.3.1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100 g。

4.3 鉴别试验

红外光谱法——试样与莠灭净标样在 4000 cm^{-1} ~ 400 cm^{-1} 范围的红外吸收光谱图应没有明显区别。莠灭净标样红外光谱图见图1。

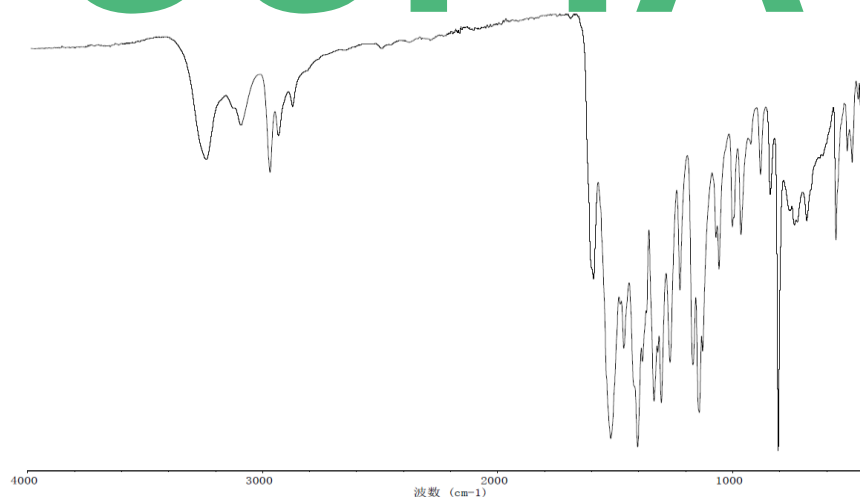


图1 莠灭净标样的红外光谱图

气相色谱法——本鉴别试验可与莠灭净质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液中某色谱峰的保留时间与标样溶液中莠灭净色谱峰的保留时间，其相对差值应在1.5%以内。

高效液相色谱法——本鉴别试验可与莠灭净质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液中某色谱峰的保留时间与标样溶液中莠灭净色谱峰的保留时间，其相对差值应在1.5%以内。

4.4 莠灭净质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样用丙酮溶解，以邻苯二甲酸二丙烯酸酯为内标物，使用毛细管色谱柱和氢火焰离子化检测器，对试样中的莠灭净进行气相色谱分离，内标法定量。也可采用高效液相色谱法测定莠灭净质量分数，色谱操作条件参见附录B。

4.4.2 试剂和溶液

丙酮。

莠灭净标样：已知质量分数， $\omega \geq 98\%$ 。

内标物：邻苯二甲酸二丙烯酸酯，应不含有干扰分析的杂质。

内标溶液：称取邻苯二甲酸二丙烯酸酯 6.2 g（精确至 0.1 g）于 1000 mL 容量瓶中，用丙酮溶解定容，摇匀，备用。

4.4.3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器。

色谱柱：DB-WAX 30 m×0.32 mm (i.d.) 毛细管柱，膜厚 0.25 μm （或同等效果的色谱柱）。

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm 。

微量进样器：10 μL 。

超声波清洗器。

4.4.4 气相色谱操作条件

温度（ $^{\circ}\text{C}$ ）：柱温 200，气化室 250，检测室 250。

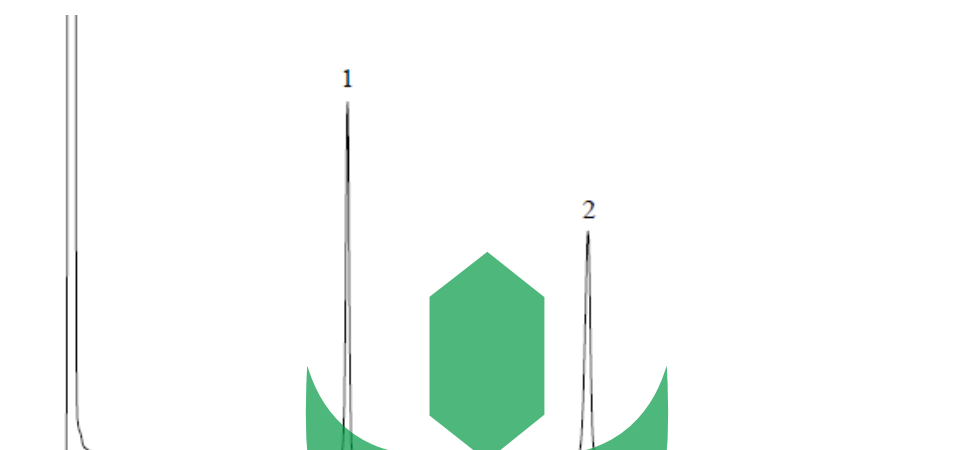
气体流量（ mL/min ）：载气（ N_2 ）1.0，氢气 30，空气 300。

分流比：50:1。

进样体积：1.0 μL 。

保留时间：邻苯二甲酸二丙烯酸酯约 5.0 min，莠灭净约 7.4 min。

上述操作参数是典型的，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，典型的莠灭净原药与内标物的气相色谱图见图1。



说明:

1——邻苯二甲酸二丙酯;

2——莠灭净。

图2 莠灭净原药中内标物与莠灭净的气相色谱图

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的制备

称取0.1 g (精确至0.000 1 g) 莠灭净标样于具塞玻璃瓶中, 用移液管加入10 mL邻苯二甲酸二丙酯内标液, 溶解, 摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的制备

称取含0.1 g (精确至0.000 1 g) 莠灭净的试样于具塞玻璃瓶中, 用与4.4.5.1中使用的同一支移液管加入10 mL邻苯二甲酸二丙酯内标液, 超声波振荡5 min, 冷却至室温, 摇匀, 过滤。

4.4.5.3 测定

在上述色谱操作条件下, 待仪器稳定后, 连续注入数针标样溶液, 直至相邻两针莠灭净与内标物的峰面积比的相对变化小于1.5%后, 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。

4.4.5.4 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莠灭净与内标物的峰面积比分别进行平均。试样中莠灭净的质量分数按式(1)计算:

$$\omega_1 = \frac{r_2 \times m_1 \times \omega}{r_1 \times m_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ω_1 ——试样中莠灭净的质量分数, 以%表示;

r_2 ——两针试样溶液中莠灭净峰面积与内标峰面积比的平均值;

m_1 ——标样的质量, 单位为克(g);

ω ——标样中莠灭净的质量分数, 以%表示;

r_1 ——两针标样溶液中莠灭净峰面积与内标峰面积比的平均值;

m_2 ——试样的质量，单位为克（g）。

4.4.6 允许差

莠灭净质量分数两次平行测定结果之差应不大于 1.2%，取其算术平均值作为测定结果。

4.5 氯化钠质量分数的测定

4.5.1 试剂和溶液

95%乙醇。

硫酸溶液：硫酸：水=1：1（V/V）。

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

盐酸标准溶液： $C(\text{HCl})=0.1\text{ mol/L}$ ，按 GB/T 601 配制。

4.5.2 仪器

电位滴定仪：读数精确至 2 mV。

银电极：216 型。

甘汞电极：217 型或其他待带硝酸钾盐桥的甘汞电极。

4.5.3 测定步骤

称取约 1 g（精确至 0.000 1 g）试样，置于 250 mL 烧杯中，加入乙醇 20 mL，用水稀释至约 150 mL，小心地用硫酸酸化至 pH 值为 1.0~2.0，用移液管准确加入盐酸标准溶液 2 mL，用硝酸银标准滴定溶液进行电位滴定。

4.5.4 计算

试样中氯化钠的质量分数按式（2）计算：

$$X_1 = \frac{(V_1 \times C_1 - V_2 \times C_2) \times M}{10 \times m} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

X_1 ——试样中氯化钠的质量分数，以%表示；

V_1 ——滴定时消耗硝酸银标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

C_1 ——硝酸银标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

V_2 ——加入试样溶液中的盐酸标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

C_2 ——盐酸标准溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

m ——试样的质量，单位为克（g）；

M ——氯化钠的摩尔质量（ $M=58.44$ ），单位为克每摩尔（g/mol）。

4.6 干燥减量

按 GB/T 30361—2013 中 2.2 进行，50℃加热 2 h 烘至恒重。

4.7 丙酮不溶物

按 GB/T 19138 进行。

4.8 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

5 验收和质量保证期

5.1 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

5.2 质量保证期

在规定的储运条件下，莠灭净原药的质量保证期，从生产日期算起为 2 年。质量保证期内，各项指标均应符合标准要求。

6 标志、标签、包装、储运

6.1 标志、标签和包装

莠灭净原药的标志、标签和包装，应符合 GB 3796 的规定。

莠灭净原药用衬塑编织袋或纸板桶装，每袋（桶）净含量一般为 25 kg 或 50 kg。也可根据用户要求或订货协议采用其他形式的包装，但需符合 GB 3796 中的规定。

6.2 储运

莠灭净原药包装件应储存在通风、干燥的库房中；储运时，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。



CCPIA

附 录 A

(资料性附录)

莠灭净的其它名称、结构式和基本物化参数

本产品有效成分莠灭净的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

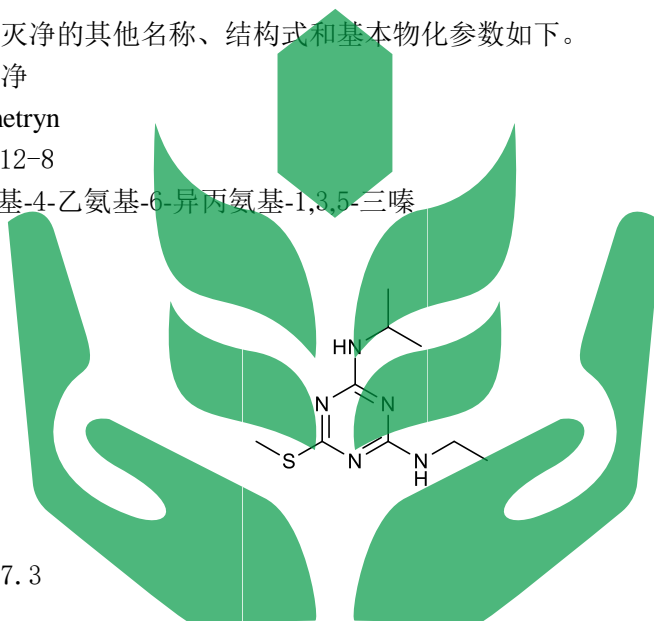
中文通用名：莠灭净

ISO通用名称：Ametryn

CAS登录号：834-12-8

化学名称：2-甲硫基-4-乙氨基-6-异丙氨基-1,3,5-三嗪

结构式：



实验式：C₉H₁₇N₅S

相对分子质量：227.3

生物活性：除草

熔点（℃）：86.3~87.0

溶解度（g/L，25℃）：水 0.2（pH 7.1，22℃），丙酮 610，甲醇 510，甲苯 470，正辛醇 220，正己烷 12

稳定性：在中性、弱酸性和弱碱性介质中稳定

CCPIA

附录 B
(资料性附录)
莠灭净的高效液相色谱测定方法

B.1 方法提要

试样用甲醇溶解,以甲醇+水为流动相,使用以 C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器,在波长 220 nm 下对试样中的莠灭净进行反相高效液相色谱分离,外标法定量。

B.2 试剂和溶液

甲醇:色谱纯。

水:新蒸二次蒸馏水或超纯水。

莠灭净标样:已知质量分数, $\omega \geq 98\%$ 。

B.3 仪器

高效液相色谱仪:具有可变波长紫外检测器。

色谱柱:250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱,内装 C_{18} 、5 μm 填充物(或同等效果的色谱柱)。

过滤器:滤膜孔径约 0.45 μm 。

微量进样器:50 μL 。

定量进样管:5 μL 。

超声波清洗器。

B.4 高效液相色谱操作条件

流动相: Ψ (甲醇:水)=70:30,经滤膜过滤,并进行脱气。

流速:1.0 mL/min。

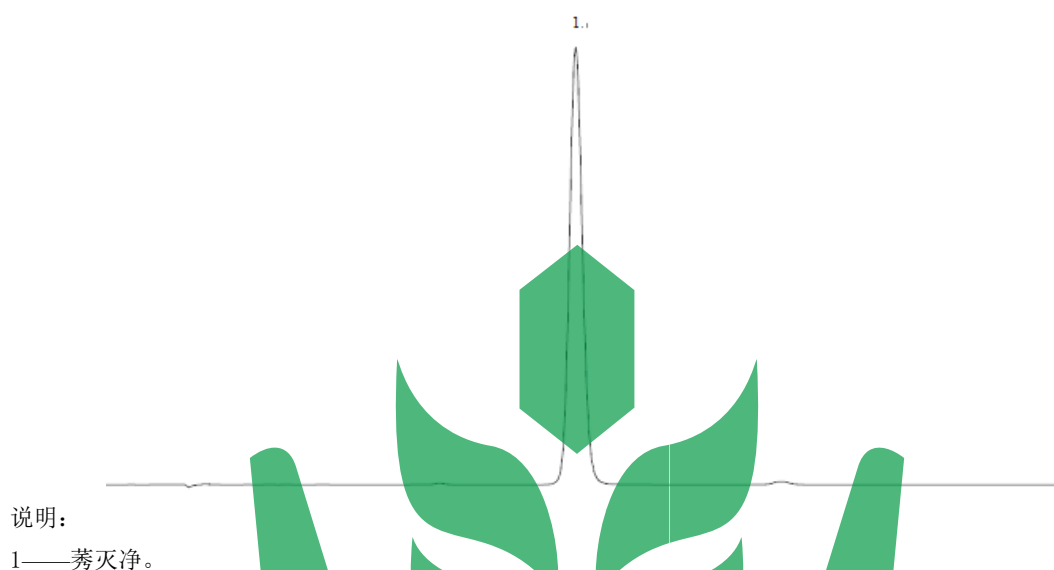
柱温:室温(温差应不大于 2 $^{\circ}\text{C}$)。

检测波长:220 nm。

进样体积:5 μL 。

保留时间:莠灭净约 7.0 min。

上述操作参数是典型的,可根据不同仪器特点对给定的操作参数做适当调整,以期获得最佳效果,典型的莠灭净原药高效液相色谱图见图 B.1。



图B.1 莠灭净原药高效液相色谱图

B.5 测定步骤

B.5.1 标样溶液的制备

称取0.05 g（精确至0.000 1 g）莠灭净标样于50 mL容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀。

B.5.2 试样溶液的制备

称取含0.05 g（精确至0.000 1 g）莠灭净的试样于50 mL容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，超声波振荡5 min使试样溶解，冷却至室温，摇匀，过滤。

B.5.3 测定

在上述操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针莠灭净峰面积相对变化小于1.5%后，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。

B.5.4 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的莠灭净峰面积分别进行平均，试样中莠灭净的质量分数按式（B.1）计算：

$$\omega_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times \omega}{A_1 \times m_2} \dots\dots\dots (B.1)$$

式中：

ω_1 ——试样中莠灭净的质量分数，以%表示；

A_2 ——试样溶液中莠灭净峰面积的平均值；

- m_1 ——标样的质量，单位为克（g）；
 ω ——标样溶液中莠灭净的质量分数，以%表示；
 A_1 ——标样溶液中莠灭净峰面积的平均值；
 m_2 ——试样的质量，单位为克（g）。

B.6 允许差

莠灭净质量分数两次平行测定结果之差应不大于1.2%，取其算术平均值作为测定结果。

