



中华人民共和国国家标准

GB/T 35667—2017

异丙甲草胺原药

Metolachlor technical material

2017-12-29 发布

2018-07-01 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

目 次

前言 I

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 要求 1

4 试验方法 2

5 标志、标签、包装、贮运、安全、验收期..... 6

附录 A（资料性附录） 异丙甲草胺及杂质其他名称、结构式和基本物化参数 8

附录 B（资料性附录） 异丙甲草胺质量分数填充柱气相色谱测定方法 10

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

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:沈阳化工研究院有限公司。

本标准参加起草单位:山东滨农科技有限公司、上虞颖泰精细化工有限公司、山东侨昌化学有限公司。

本标准主要起草人:张丕龙、谷兵、孙静、游华南、邹淑芳、孙久社。

异丙甲草胺原药

1 范围

本标准规定了异丙甲草胺原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运、安全、验收期。
本标准适用于由异丙甲草胺及其生产中产生的杂质组成的异丙甲草胺原药。
注：异丙甲草胺和相关杂质的其他名称、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 1600 农药水分测定方法
- 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(ISO 3696:1987,MOD)
- 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 28135 农药酸(碱)度测定方法 指示剂法

3 要求

3.1 外观

无色至淡棕黄色油状液体。

3.2 技术指标

异丙甲草胺原药应符合表 1 要求。

表 1 异丙甲草胺原药控制项目指标

项 目	指标
异丙甲草胺质量分数/%	≥ 97.0
2-乙基-6-甲基苯胺(杂质 1) ^a /(g/kg)	≤ 1
2'-乙基-6'-甲基-N-(2-甲氧基-1-甲基乙基)苯胺(杂质 2) ^a /(g/kg)	≤ 5
2'-乙基-6'-甲基-2-氯乙酰苯胺(杂质 3) ^a /(g/kg)	≤ 5
水分/%	≤ 0.3
酸度(以 H ₂ SO ₄ 计)	≤ 0.3
丙酮不溶物 ^a /%	≤ 0.1
^a 正常生产时，杂质 1、杂质 2、杂质 3、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 中的 4.3.3 修约值比较法进行。

4.2 抽样

按 GB/T 1605—2001 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 100 g。

4.3 鉴别试验

红外光谱法——试样与异丙甲草胺标样在 $4\,000\text{ cm}^{-1}$ ~ 400 cm^{-1} 范围内的红外吸收光谱图应无明显差异。异丙甲草胺标样红外光谱图见图 1。

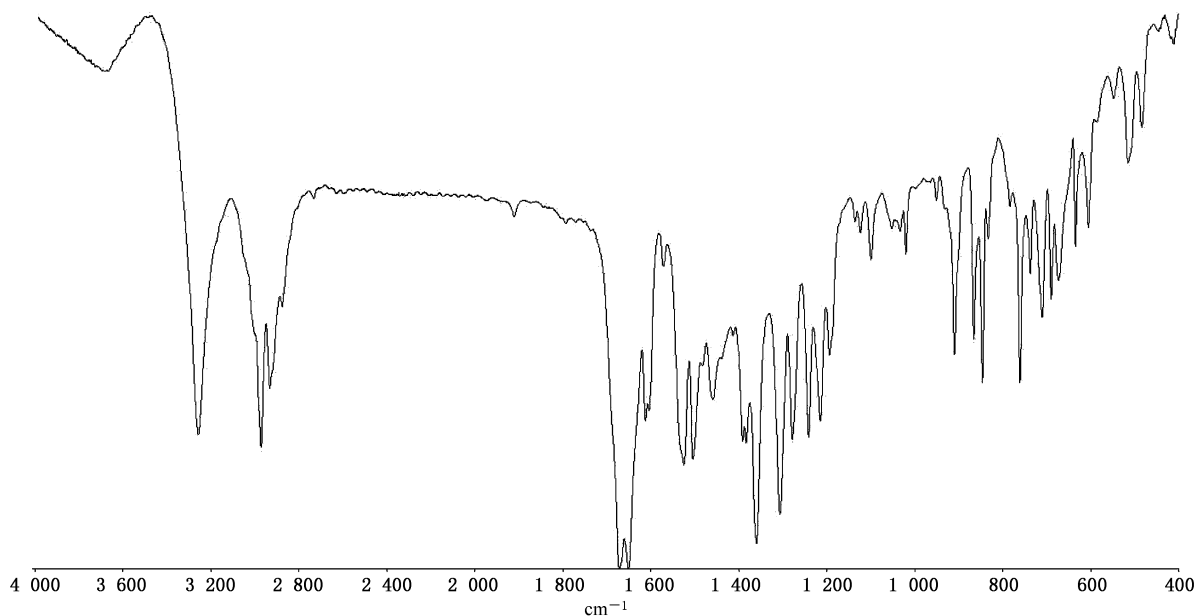


图 1 异丙甲草胺标样的红外光谱图

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

4.4 异丙甲草胺质量分数的测定(毛细管色谱法)

4.4.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解,以邻苯二甲酸二戊酯为内标物,使用 5% HP-5 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的异丙甲草胺进行气相色谱分离和测定,内标法定量。也可使用填充柱气相色谱法测

定,色谱操作条件参见附录 B。

4.4.2 试剂和溶液

三氯甲烷:

异丙甲草胺标样:已知质量分数, $w \geq 98.0\%$;

内标物:邻苯二甲酸二戊酯,应没有干扰分析的杂质;

内标溶液:称取邻苯二甲酸二戊酯 5.0 g,置于 500 mL 容量瓶中,用三氯甲烷溶解并稀释至刻度,摇匀。

4.4.3 仪器

气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器;

色谱处理机或色谱工作站;

色谱柱:30 m×0.32 mm(i.d.)毛细管柱,5%HP-5(键合 5%苯甲基硅酮),膜厚 0.25 μm 。

4.4.4 气相色谱操作条件

温度($^{\circ}\text{C}$):柱温 182,气化 250,检测器 250;

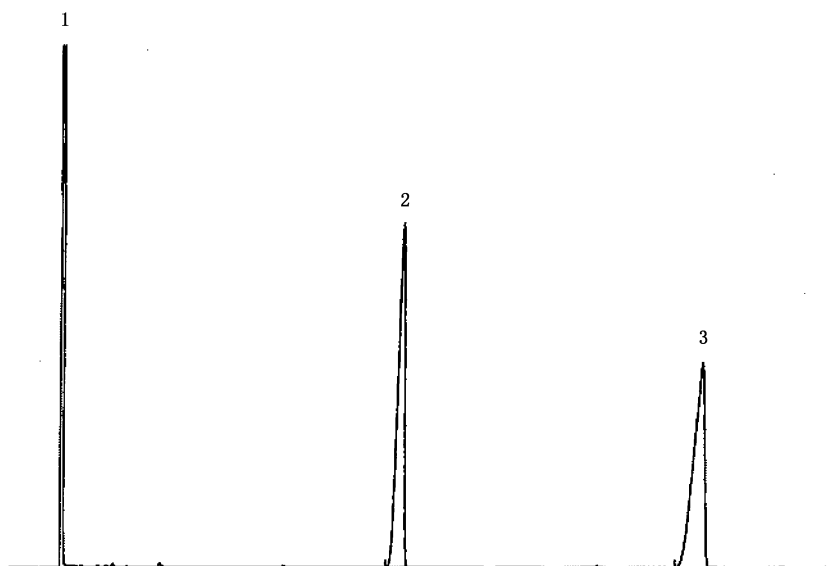
气体流量(mL/min):载气(N_2)2.0,氢气(H_2)30,空气 300,补偿气 25;

分流比:20:1;

进样量(μL):1.0;

保留时间(min):异丙甲草胺 9.0,内标物 15.8。

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。典型的异丙甲草胺原药中异丙甲草胺与内标物的气相色谱图见图 2。



说明:

1——溶剂;

2——异丙甲草胺;

3——内标物。

图 2 异丙甲草胺原药中异丙甲草胺与内标物的气相色谱图

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的制备

称取异丙甲草胺标样 0.1 g(精确至 0.000 1 g),置于具塞玻璃瓶中,用移液管加入 10 mL 内标溶液,摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的制备

称取含异丙甲草胺 0.1 g 的试样(精确至 0.000 1 g),置于具塞玻璃瓶中,用与 4.4.5.1 同一支移液管加入 10 mL 内标溶液,摇匀。

4.4.5.3 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,计算各针异丙甲草胺与内标物峰面积之比的重复性,待相邻两针异丙甲草胺与内标物峰面积之比的相对变化小于 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。

4.4.6 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异丙甲草胺与内标物的峰面积之比,分别进行平均。试样中异丙甲草胺的质量分数按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{\gamma_2 \cdot m_1 \cdot w}{\gamma_1 \cdot m_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

w_1 ——试样中异丙甲草胺的质量分数,以%表示;

γ_2 ——试样溶液中,异丙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);

w ——标样中异丙甲草胺的质量分数,以%表示;

γ_1 ——标样溶液中,异丙甲草胺与内标物峰面积比的平均值;

m_2 ——试样的质量,单位为克(g)。

4.5 杂质的测定

4.5.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解,以邻苯二甲酸二甲酯为内标物,使用 5%HP-5 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的杂质 1、杂质 2、杂质 3 进行气相色谱分离和测定,内标法定量。

4.5.2 试剂和溶液

三氯甲烷;

杂质 1 标样:已知质量分数, $w \geq 98.0\%$;

杂质 2 标样:已知质量分数, $w \geq 98.0\%$;

杂质 3 标样:已知质量分数, $w \geq 98.0\%$;

内标物:邻苯二甲酸二甲酯,应没有干扰分析的杂质;

内标溶液:称取邻苯二甲酸二甲酯 0.1 g,置于 500 mL 容量瓶中,用三氯甲烷溶解并稀释至刻度,摇匀。

4.5.3 仪器

气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器;

色谱处理机或色谱工作站;

色谱柱:30 m×0.32 mm(i.d.)毛细管柱,5%HP-5(键合 5%苯甲基硅酮),膜厚 0.25 μm。

4.5.4 气相色谱操作条件

温度(°C):柱温 135 保持 7.5 min,以 40 °C/min 升温至 160 保持 4 min,再升温至 240 保持 8 min,气化 250,检测器 250;

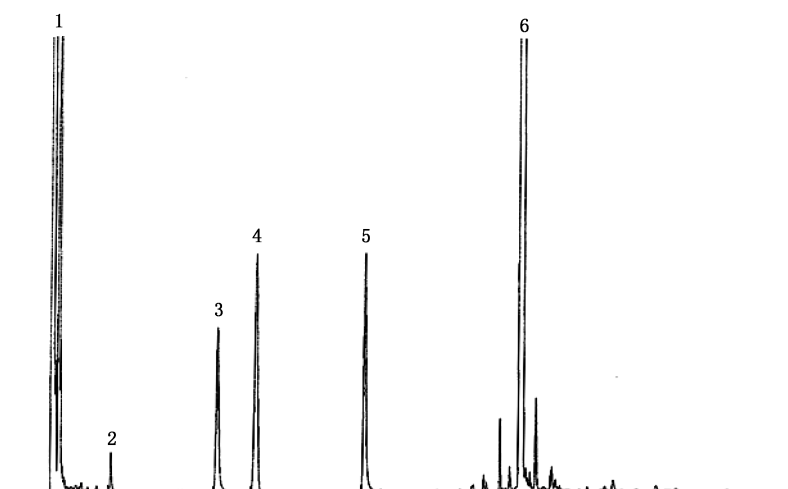
气体流量(mL/min):氮气(N₂) 2.0,氢气(H₂) 30,空气 300,补偿气 25;

分流比:20:1;

进样量(μL):1.0;

保留时间(min):杂质 1 3.0,内标物 5.9,杂质 2 6.9,杂质 3 9.8。

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。典型的异丙甲草胺原药中杂质 1、杂质 2、杂质 3 与内标物的气相色谱图见图 3。



说明:

1——溶剂;

2——杂质 1;

3——内标物;

4——杂质 2;

5——杂质 3;

6——异丙甲草胺。

图 3 异丙甲草胺原药中杂质 1、杂质 2、杂质 3 与内标物的气相色谱图

4.5.5 测定步骤

4.5.5.1 标样溶液的制备

称取杂质 1 标样 0.15 g(精确至 0.000 1 g),杂质 2 标样 0.15 g(精确至 0.000 1 g),杂质 3 标样 0.11 g(精确至 0.000 1 g),分别置于 3 个 50 mL 容量瓶中,加三氯甲烷溶解并稀释至刻度,摇匀。用移液管移取上述杂质 1 标样溶液 0.5 mL、杂质 2 标样溶液 5 mL、杂质 3 标样溶液 5 mL 置于另一 50 mL 容量瓶中,加三氯甲烷稀释至刻度,摇匀。移取上述杂质混合标样溶液 5 mL,置于 10 mL 具塞玻璃瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,摇匀。

4.5.5.2 试样溶液的制备

称取 0.2 g 的试样(精确至 0.000 1 g),置于 10 mL 具塞玻璃瓶中,用与 4.5.5.1 同一支移液管加入 5 mL 内标溶液,再加入 5 mL 三氯甲烷,摇匀。

4.5.5.3 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,计算各针标准样品与内标物峰面积之比的重复性,待相邻两针杂质 1(杂质 2、杂质 3)与内标物峰面积之比相对变化小于 10%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。

4.5.6 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杂质 1(杂质 2、杂质 3)与内标物的峰面积之比,分别进行平均。试样中杂质 1(杂质 2、杂质 3)的质量分数按式(2)计算:

$$\omega_2 = \frac{\gamma_4 \cdot m_3 \cdot \omega}{\gamma_3 \cdot m_4 \cdot k} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

ω_2 ——试样中杂质 1(杂质 2、杂质 3)的质量分数,单位为克每千克(g/kg);

γ_4 ——试样溶液中,杂质 1(杂质 2、杂质 3)峰面积与内标物峰面积比的平均值;

m_3 ——标样的质量,单位为克(g);

ω ——标样中杂质 1(杂质 2、杂质 3)的质量分数,以%表示;

γ_3 ——标样溶液中,杂质 1(杂质 2、杂质 3)峰面积与内标物峰面积比的平均值;

m_4 ——试样的质量,单位为克(g);

k ——换算系数,杂质 1 是 100(杂质 2 是 10、杂质 3 是 10)。

4.5.7 允许差

杂质 1(杂质 2、杂质 3)质量分数测定的相对差应不大于 30%,取其算术平均值作为测定结果。

4.6 水分的测定

按 GB/T 1600 中“卡尔·费休法”进行。

4.7 酸度的测定

称取试样 2 g(精确至 0.001 g),按 GB/T 28135 的“农药原药测定方法”进行。

4.8 丙酮不溶物的测定

按 GB/T 19138 进行。

4.9 产品的检验与验收

按 GB/T 1604 进行。

5 标志、标签、包装、贮运、安全、验收期

5.1 标志、标签、包装

异丙甲草胺原药的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定。异丙甲草胺原药包装采用内衬塑膜

的铁桶或塑料桶包装,每桶净含量不大于 180 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 的规定。

5.2 贮运

异丙甲草胺原药包装件应贮存在通风、干燥、低温的库房中。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。

5.3 安全

异丙甲草胺是一种低毒类除草剂。吞噬或吸入均有毒,还可通过皮肤渗入。使用本品时应穿戴防护用品,如有接触用肥皂和大量清水清洗。一旦误服,应立即送医院对症治疗。

5.4 验收期

异丙甲草胺原药验收期为 1 个月。从交货之日起一个月内完成产品质量验收,其各项指标均应符合标准要求。

附 录 A
(资料性附录)

异丙甲草胺及杂质其他名称、结构式和基本物化参数

A.1 本产品有效成分异丙甲草胺的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO 通用名称:metolachlor

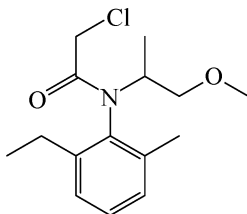
中文名称:异丙甲草胺

CAS 登记号:51218-45-2

CIPAC 数字代码:400

化学名称:N-(2-乙基-6-甲基苯基)-N-(1-甲基-2-甲氧基乙基)氯乙酰胺

结构式:



实验式: $C_{15}H_{22}ClNO_2$

相对分子质量:283.79

生物活性:除草

熔点($^{\circ}C$):-62.1

沸点($^{\circ}C/0.001\text{ mmHg}$):100

蒸气压(25 $^{\circ}C$, mPa):4.2

密度(20 $^{\circ}C$, g/cm^3):1.12

溶解度(20 $^{\circ}C$, g/L):水中 4.88×10^{-1} ;易溶于苯、二甲苯、二甲基甲酰胺、二氯甲烷、己烷、甲醇、乙醇、丙酮、1,2-氯乙烷、环己酮、辛醇,不溶于石油醚、乙二醇、丙三醇

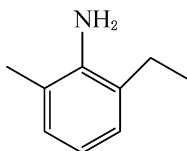
稳定性:在 275 $^{\circ}C$ 下稳定,遇强碱和强无机酸水解,在缓冲液中水解(20 $^{\circ}C$) DT_{50} 大于 200 d($2 \leq pH \leq 10$),土壤中降解 DT_{50} 为 30 d

A.2 本产品杂质成分 2-乙基-6-甲基苯胺的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

CAS 登记号:24549-06-2

化学名称:2-乙基-6-甲基苯胺

结构式:



实验式: $C_9H_{13}N$

相对分子质量:135.21

沸点($^{\circ}C$):231

蒸气压(25 $^{\circ}C$, mPa): 7.41×10^{-2}

密度(20 $^{\circ}C$, g/mL):0.96

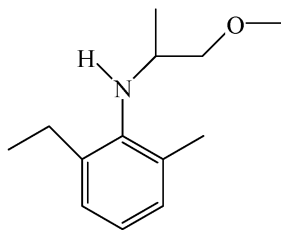
A.3 本产品杂质成分 2'-乙基-6'-甲基-N-(2-甲氧基-1-甲基乙基)苯胺的其他名称、结构式和基本物化

参数如下:

CAS 登记号:51219-00-2

化学名称:2'-乙基-6'-甲基-N-(2-甲氧基-1-甲基乙基)苯胺

结构式:



实验式: $C_{13}H_{21}NO$

相对分子质量:207.31

沸点($^{\circ}C$):315.5

蒸气压(25 $^{\circ}C$, mPa): 4.25×10^{-4}

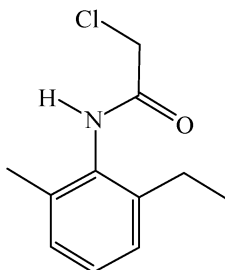
密度(20 $^{\circ}C$, g/mL):0.967

A.4 本产品杂质成分 2'-乙基-6'-甲基-2-氯乙酰苯胺的其他名称、结构式和基本物化参数如下:

CAS 登记号:32428-71-0

化学名称:2'-乙基-6'-甲基-2-氯乙酰苯胺

结构式:



实验式: $C_{11}H_{14}ClNO$

分子量:211.69

熔点($^{\circ}C$):120~121

沸点($^{\circ}C$):343.1

蒸气压(25 $^{\circ}C$, mPa): 7.18×10^{-4}

密度(20 $^{\circ}C$, g/mL):1.156

附 录 B
(资料性附录)

异丙甲草胺质量分数填充柱气相色谱测定方法

B.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解,以邻苯二甲酸二戊酯为内标物,使用 5%SE-30 玻璃柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的异丙甲草胺进行气相色谱分离和测定,内标法定量。

B.2 试剂和溶液

三氯甲烷;

异丙甲草胺标样:已知质量分数, $w \geq 98.0\%$;

内标物:邻苯二甲酸二戊酯,应没有干扰分析的杂质;

内标溶液:称取邻苯二甲酸二戊酯 5.0 g,置于 500 mL 容量瓶中,用三氯甲烷溶解并稀释至刻度,摇匀。

B.3 仪器

气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器;

色谱处理机或色谱工作站;

色谱柱:1 m×3 mm(i.d.)玻璃柱,5%SE-30 涂在 Chromsorb W AW-DMCS 上,粒径 180 μm ~250 μm 。

B.4 气相色谱操作条件

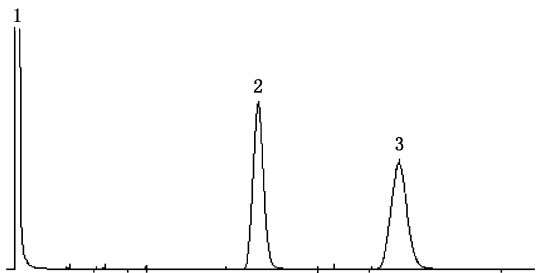
温度($^{\circ}\text{C}$):柱温 180,气化 250,检测器 250;

气体流量(mL/min):氮气(N_2) 25,氢气(H_2) 30,空气 300;

进样量(μL):1.0;

保留时间(min):异丙甲草胺 7.8,内标物 9.8。

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。典型的异丙甲草胺原药中异丙甲草胺与内标物的气相色谱图见图 B.1。



说明：
1——溶剂；
2——异丙甲草胺；
3——内标物。

图 B.1 异丙甲草胺原药中异丙甲草胺与内标物的气相色谱图

B.5 测定步骤

B.5.1 标样溶液的制备

称取异丙甲草胺标样 0.1 g(精确至 0.000 1 g),置于具塞玻璃瓶中,用移液管加入 10 mL 内标溶液,摇匀。

B.5.2 试样溶液的制备

称取含异丙甲草胺 0.1 g 的试样(精确至 0.000 1 g),置于具塞玻璃瓶中,用与 B.1.5.1 同一支移液管加入 10 mL 内标溶液,摇匀。

B.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,计算各针异丙甲草胺与内标物峰面积之比的重复性,待相邻两针异丙甲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。

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中异丙甲草胺与内标物的峰面积之比,分别进行平均。试样中异丙甲草胺的质量分数,按式(B.1)计算:

$$\omega_1 = \frac{\gamma_2 \cdot m_1 \cdot \omega}{\gamma_1 \cdot m_2} \dots\dots\dots (B.1)$$

- 式中：
- ω_1 ——试样中异丙甲草胺的质量分数,以%表示；
 - γ_2 ——试样溶液中,异丙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)；
 - ω ——标样中异丙甲草胺的质量分数,以%表示；
 - γ_1 ——标样溶液中,异丙甲草胺与内标物峰面积比的平均值；
 - m_2 ——试样的质量,单位为克(g)。
