

团 体 标 准

T/CCPIA XXX-2020

二甲戊灵原药

Pendimethalin technical material

(征求意见稿)

2020-XX-XX 发布

2020-XX-XX 实施

中国农药工业协会 发 布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《文件化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》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。

本文件由中国农药工业协会提出。

本文件由中国农药工业协会归口。

本文件起草单位：XXX

本文件主要起草人：XXX

二甲戊灵原药

1 范围

本文件规定了二甲戊灵原药的要求、试验方法、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运。
本文件适用于由二甲戊灵及其生产中产生的杂质组成的二甲戊灵原药。

注：二甲戊灵的其他名称、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 1600—2001 农药水分的测定方法

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 1601 农药 pH 值的测定方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 要求

4.1 外观

本品应为棕黄色至桔黄色结晶粉末，无可见的外来物和填加的改性剂。

4.2 技术指标

二甲戊灵原药还应符合表 1 要求。

表1 二甲戊灵原药控制项目指标

项 目	指 标
二甲戊灵质量分数/% ≥	96.0
水分/% ≤	0.5
pH 值范围	4.0~8.0
丙酮不溶物 ^a /%	≤ 0.5
^a 正常生产时，丙酮不溶物每 3 个月至少测定一次。	

5 试验方法

安全提示：使用本文件的人员应有实验室工作的实践经验。本文件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。

5.1 一般规定

本文件所用试剂和水，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。

5.2 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。

5.3 鉴别试验

高效液相色谱法——本鉴别试验可与二甲戊灵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二甲戊灵色谱峰的保留时间，其相对差值应在 1.5% 以内。

气相色谱法——本鉴别试验可与二甲戊灵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二甲戊灵色谱峰的保留时间，其相对差值应在 1.5% 以内，见附录 B。

红外光谱法——试样与标样在 4000 cm⁻¹~400 cm⁻¹ 范围内的红外吸收光谱图应无明显差异，二甲戊灵标样的红外光谱图见图 1。

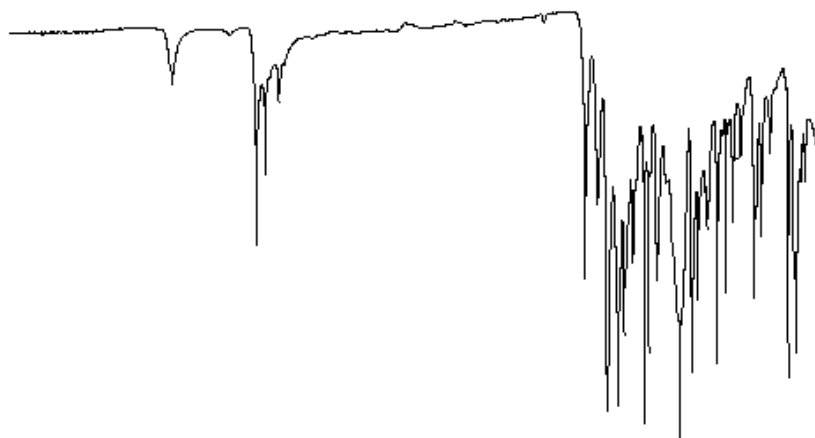


图1 二甲戊灵标样红外光谱图

5.4 二甲戊灵质量分数的测定

5.4.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相，使用以C₁₈为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长240 nm下对试样中的二甲戊灵进行高效液相色谱分离，以外标法定量。也可采用高效液相色谱法测定二甲戊灵质量分数，色谱操作条件参见附录B。

5.4.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

二甲戊灵标样：已知质量分数， $\omega \geq 99.0\%$ 。

5.4.3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

色谱数据处理机或色谱工作站。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装C₁₈、5 μm填充物（或具有同等效果的色谱柱）。

过滤器：滤膜孔径约0.45 μm。

微量进样器：50 μL。

定量进样管：10 μL。

超声波清洗器。

5.4.4 高效液相色谱操作条件

流动相： ψ （乙腈：水）=60：40，经滤膜过滤，并进行脱气。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30℃ ± 2℃。

检测波长：240 nm。

进样体积：5 μL。

保留时间：二甲戊灵约9.4 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。典型的二甲戊灵高效液相色谱图见图2。



说明:

1——二甲戊灵。

图2 二甲戊灵原药的高效液相色谱图

5.4.5 测定步骤

5.4.5.1 标样溶液的制备

称取0.05 g(精确至0.000 1 g)二甲戊灵标样于50 mL容量瓶中,用乙腈定容至刻度,超声波振荡5 min使标样溶解,冷却至室温,摇匀备用。

5.4.5.2 试样溶液的制备

称取含0.05 g(精确至0.000 1 g)二甲戊灵的试样于50 mL容量瓶中,用乙腈定容至刻度,超声波振荡5 min,冷却至室温,摇匀备用。

5.4.5.3 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,直至相邻两针二甲戊灵峰面积相对变化小于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。

5.4.5.4 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的二甲戊灵峰面积分别进行平均,试样中二甲戊灵质量分数按式(1)计算:

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

式中:

ω_1 ——试样中二甲戊灵的质量分数,以%表示;

A_1 ——标样溶液中二甲戊灵峰面积的平均值;

A_2 ——试样溶液中二甲戊灵峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量,单位为克(g);

m_2 ——试样的质量,单位为克(g);

ω ——标样中二甲戊灵的质量分数,以%表示。

5.4.6 允许差

二甲戊灵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。

5.5 水分的测定

按 GB/T 1600—2001 中 2.1 进行。

5.6 pH 值范围的测定

按 GB/T 1601 的要求称样，用 φ （丙酮：水）=65：35 的溶液溶解，按 GB/T 1601 进行测定。

5.7 丙酮不溶物的测定

按 GB/T 19138 进行。

6 验收和质量保证期

6.1 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

6.2 质量保证期

在规定的储运条件下，二甲戊灵原药的质量保证期，从生产日期算起为 2 年。质量保证期内，各项指标均应符合文件要求。

7 标志、标签、包装、储运

7.1 标志、标签和包装

二甲戊灵原药的标志、标签和包装，应符合 GB 3796 的规定。

二甲戊灵原药用内衬塑料袋的编织袋或纸板桶包装，每桶净含量 25 kg。也可以根据用户要求和订货协议，可以采用其它形式的包装，但要符合 GB 3796 中的有关规定。

7.2 储运

二甲戊灵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。

附 录 A (资料性附录)

二甲戊灵的其他名称、结构式和基本物化参数

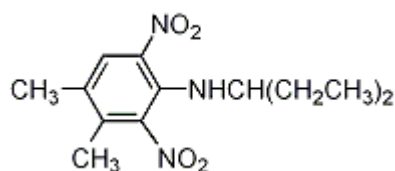
本产品有效成分二甲戊灵的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

ISO 通用名称: Pendimethalin

CAS 号: 40487-42-1

化学名称: N-(乙基丙基)-3,4-二甲基-2,6-二甲基苯胺

结构式:



分子式: $C_{13}H_{19}N_3O_4$

相对分子质量: 281.3

生物活性: 除草

外观: 橙黄色晶体

溶解性: 水中溶解度 (mg/L, 20°C): 0.33 (pH 7);

有机溶剂中溶解度 (g/L, 20°C): 丙酮、二甲苯和二氯甲烷 > 800, 正己烷 48.98; 易溶于苯、甲苯和氯仿, 微溶于石油醚和汽油。

稳定性: 酸和碱中稳定, 光分解缓慢, 水中光解 $DT_{50} < 21$ d。

基本理化性质: 熔点: 54~58°C, 蒸气压: 1.94 mPa (25°C), $KowlogP=5.2$, 亨利常数: 2.728 Pa $m^3 \cdot mol^{-1}$ (25°C), 密度: 1.19 (25°C)。

附 录 B
(资料性附录)
气相色谱法测定二甲戊灵质量分数

B.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解，以邻苯二甲酸二丁酯为内标物，使用HP-5为填充物的毛细管柱和氢火焰离子化检测器，对试样中的二甲戊灵进行气相色谱分离，以内标法定量。也可采用高效液相色谱法测定二甲戊灵质量分数，色谱操作条件参见正文。

B.2 试剂和溶液

三氯甲烷。

二甲戊灵标样：已知二甲戊灵质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

内标物：邻苯二甲酸二丁酯，应没有干扰分析的杂质。

内标溶液：称取邻苯二甲酸二丁酯5.0 g（精确值0.01 g）于500 mL容量瓶中，用三氯甲烷定容至刻度，摇匀备用。

B.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：30 m×0.32 mm (i.d.) 毛细管柱， HP-5（内涂100%二甲基聚硅氧烷），膜厚0.25 μm（或具同等效果的色谱柱）。

B.4 高效气相色谱操作条件

温度（℃）：柱室 200，气化室 250，检测器室 250。

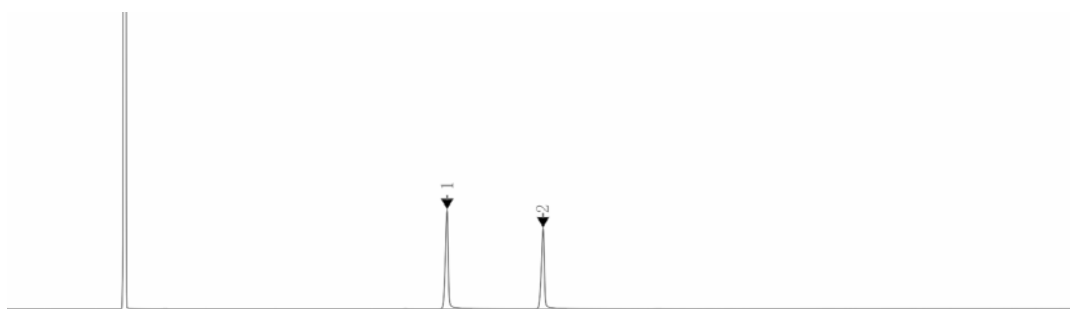
气体流量（mL/min）：载气（N₂）1.0，氢气 30，空气 300。

分流比：20:1。

进样量：1.0 μL。

保留时间：邻苯二甲酸二丁酯约7.4 min，二甲戊灵约9.0 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作适当调整，以期获得最佳效果。典型的二甲戊灵原药与内标物的气相色谱图见图B.1。



说明：

1——邻苯二甲酸二丁酯；

2——二甲戊灵。

图B.1 二甲戊灵原药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

称取二甲戊灵标样0.05 g（精确至0.000 1 g）于50 mL容量瓶中，用移液管移入5 mL内标溶液，用三氯甲烷稀释至刻度，摇匀备用。

B.5.2 试样溶液的制备

称取含0.05 g（精确至0.000 1 g）二甲戊灵的试样于50 mL容量瓶中，用与B.5.1中相同的移液管移入5 mL内标溶液，用三氯甲烷稀释至刻度，摇匀备用。

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，直至相邻两针二甲戊灵峰面积相对变化小于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。

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二甲戊灵与内标物的峰面积比分别进行平均。试样中二甲戊灵质量分数按公式（B.1）计算：

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

式中：

ω_1 ——试样中二甲戊灵质量分数，以%表示；

r_2 ——试样溶液中二甲戊灵与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——二甲戊灵标样的质量，单位为克（g）；

ω ——标样中二甲戊灵质量分数，以%表示；

r_1 ——标样溶液中二甲戊灵与内标物峰面积比的平均值；

m_2 ——试样的质量，单位为克（g）。

B.6 允许差

二甲戊灵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。
