ICS 65.100.20
G 25

中华人民共和国国家标准

GB ××××—××××

扑草净原药

Prometryn technical

（报批稿）

200×-××-××发布　　200×-××-××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

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 是资料性附录。

本标准自实施之日起，原行业标准 HG2201—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/TC133）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。

扑草净原药

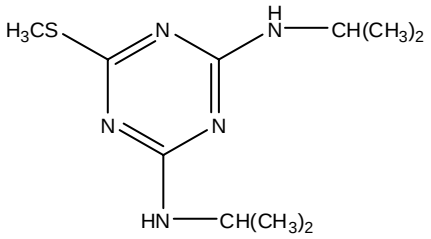
该产品有效成分扑草净的其它名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO 通用名称：Prometryn

CIPAC数字代码 ：93

化学名称：4,6-双异丙胺基-2-甲硫基均三嗪

结构式：



实验式：$C_{10}H_{19}N_5S$

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℃～120℃

蒸气压（20℃）：0.133 mPa

溶解度(20℃)：水 33 mg/L；丙酮中 240 g/L；二氯甲烷中 300 g/L；已烷中 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℃）对水解稳定。本品为碱性，土壤中DT_{50} 40d～70d

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。

表1 扑草净原药控制项目指标

项　　目	指　　标
扑草净质量分数/% ≥	96.0
干燥减量/% ≤	1.0
氯化钠质量分数[a]/% ≤	1.0
二甲基甲酰胺不溶物[a]/% ≤	0.5
a 氯化钠质量分数、二甲基甲酰胺不溶物在正常生产情况下，每 3 个月至少测定一次。	

4 试验方法

4.1 抽样

按照 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100g。

4.2 鉴别试验

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

红外光谱法——试样与扑草净标样在 4000 cm^{-1}～400 cm^{-1} 波数范围内的红外光谱图应没有明显的差异。扑草净标样的红外标准谱图见图1。

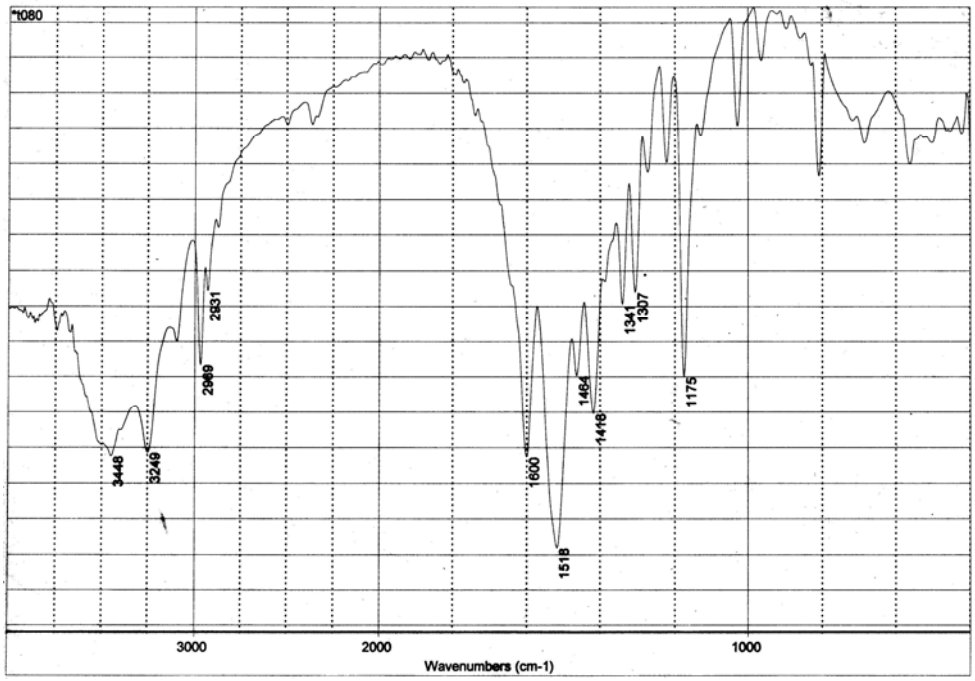


图1 扑草净标样的红外光谱图

4.3 扑草净质量分数的测定

4.3.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解，以三唑酮为内标物，使用内壁键合聚乙二醇20 M的毛细管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。也可使用填充柱气相色谱法,色谱条件参见附录A。

4.3.2 试剂和溶液

三氯甲烷；

三唑酮：应不含有干扰分析的杂质，$\omega \geqslant 95$ %；

扑草净标样：已知扑草净质量分数，$\omega \geqslant 99.0$ %；

内标溶液：称取8.6 g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。

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：30 m×0.32 mm(i.d.)毛细管柱，内壁键合聚乙二醇 20 M，膜厚 0.25 μm ；

微量进样器：10 μL。

4.3.4 气相色谱操作条件

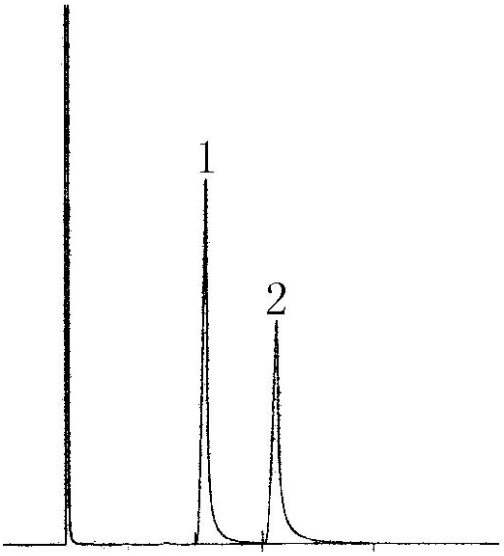
温度（℃）：柱温 195、气化室 230、 检测室 230；

气体流速（mL/min）：载气（氮气）2.0、氢气 30、空气 300；

进样体积（μL）：1.0；

保留时间（min）：扑草净约 4.2，内标物（三唑酮）约 5.6。

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的气相色谱图见图2。



1—扑草净；

2—内标物（三唑酮）。

图 2 扑草净原药与内标物的气相色谱图

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液的配制

称取扑草净标样0.1 g（精确至0.0002 g），置于15 mL具塞玻璃瓶中，用移液管移入10 mL内标溶液，摇匀。

4.3.5.2 试样溶液的配制

称取约含扑草净0.1 g的试样 （精确至0.0002 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移入10 mL内标溶液，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，计算各针扑草净与内标物峰面积之比的重复性，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 ω_1（%），按式(1)计算：

$$\omega_1 = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot \omega}{r_1 \cdot m_2} \cdots\cdots (1)$$

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）；

ω——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℃±2℃。

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 0.0002 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 0.0002 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 0.0002 g)。

4.4.3 计算

干燥减量 ω_2（%）按式（2）计算：

$$\omega_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \cdots\cdots (2)$$

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：Φ（H_2SO_4）=50%；

盐酸标准溶液，c（HCl）=0.1 mol/L，按GB 601制备和标定；

硝酸银标准滴定溶液，c（$AgNO_3$）=0.1 mol/L，按GB 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，带绿化钾盐桥。

4.5.3 分析步骤

称取5.0 g试样（精确至0．0002g），于400 mL烧杯中，用50 mL丙酮溶解，加入200 mL水，用硫酸溶液将试样溶液酸化至 pH值1～2，用移液管加2 mL盐酸标准溶液，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 ω_3（%），按式(3)计算：

$$\omega_3 = \frac{M（V_1c_1 - V_2c_2）}{1000\,m} \times 100 \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots (3)$$

式中：

c_1 ——硝酸银标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

c_2——盐酸标准溶液的实际浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

V_1——滴定时，消耗硝酸银标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

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）；

m——试样的质量，单位为克（g）；

M—氯化钠摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)，[M =58.5 g/mol]。

4.6 二甲基甲酰胺不溶物的测定

按 GB/T 19138 进行。溶剂采用二甲基甲酰胺。

4.7 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 扑草净原药的标志、标签和包装应符合 GB 3796 的规定。

5.2 扑草净原药应用干净、内衬塑料袋的编织袋包装，每袋净含量为 25 kg。也可根据用户要求或订货协议采用其他形式的包装，但要符合 GB 3796 的规定。

5.3 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。

5.4 安全：扑草净属低毒除草剂。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。

5.5 验收期：扑草净原药的验收期为一个月。从交货之日起，在一个月内完成产品质量验收，各项指标应符合本标准要求。

附 录 A
（资料性附录）
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，ω≥95 %；
扑草净标样：已知扑草净质量分数，ω≥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。

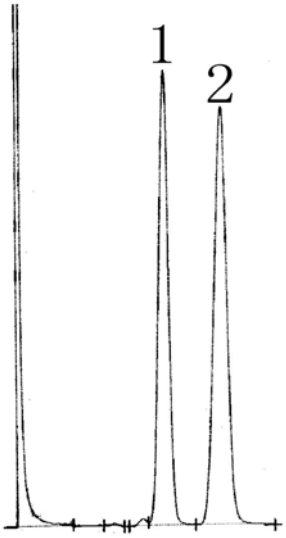
A.3 仪器

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(℃)：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 A1。



1—扑草净；
2—内标物（三唑酮）。

图 A1 扑草净原药与内标物填充柱气相色谱图

A.5 测定步骤

A.5.1 标样溶液的配制

称取扑草净标样0.1 g（精确至0.0002 g），置于15 mL具塞玻璃瓶中，用移液管准确移入10 mL内标溶液，摇匀。

A.5.2 试样溶液的配制

称取约含扑草净0.1 g的试样 （精确至0.0002 g），置于15 mL具塞玻璃瓶中，用A.5.1 中使用的同一支移液管准确移入10 mL内标溶液，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，计算各针扑草净与内标物峰面积之比的重复性，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。

A.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和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 ω_1（%）按式(A1)计算:

$$\omega_1 = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot \omega}{r_1 \cdot m_2} \quad \text{(A1)}$$

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）；

ω——扑草净标样的质量分数，以%表示。

A.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。