

# 团 体 标 准

T/CCPIA 066—2021

---

## 二甲戊灵原药

Pendimethalin technical material

2021-04-30 发布

2021-04-30 实施

---

中国农药工业协会 发布

## 前 言

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

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。

本文件与 GB/T 22177—2008 相比，主要技术变化如下：

——将“二甲戊灵规格由不小于95%”改为“不小于96%”。

——将二甲戊灵测定的气相色谱法由“填充柱法”改为“毛细管柱法”。

——增加了亚硝胺的控制项目指标及质量分数测定方法。

本文件由中国农药工业协会提出并归口。

本文件起草单位：江苏永安化工有限公司、山东华阳农药化工集团有限公司、贵州健安德科技有限公司。

本文件主要起草人：黄玉贵、陈红、李周旭、张如金、王玥、王玉华。



# CCPIA

# 二甲戊灵原药

## 1 范围

本文件规定了二甲戊灵原药的技术要求、试验方法、检验规则、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运。

本文件适用于二甲戊灵原药产品生产的质量控制，也可作为供需双方贸易、合格评定以及管理活动等的依据。

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

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 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 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

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 技术要求

### 4.1 外观

棕黄色至桔黄色结晶粉末，无可见的外来物。

### 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
亚硝胺质量分数/mg/kg	≤150
水分/%	≤0.5
pH 值	4.0~8.0
丙酮不溶物 <sup>a</sup> /%	≤0.5
<sup>a</sup> 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

**警示：**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，均指分析纯试剂和蒸馏水。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 进行。

### 5.2 取样

按 GB/T 1605—2001 中的 5.3.1 方法进行。用随机数表法确定取样的包装件；最终取样量应不少于 100 g。

### 5.3 鉴别试验

#### 5.3.1 红外光谱法

二甲戊灵原药和二甲戊灵标样在  $4000\text{ cm}^{-1}$ ~ $400\text{ cm}^{-1}$  范围的红外吸收光谱图应没有明显区别，二甲戊灵标样的红外光谱图见图 1。

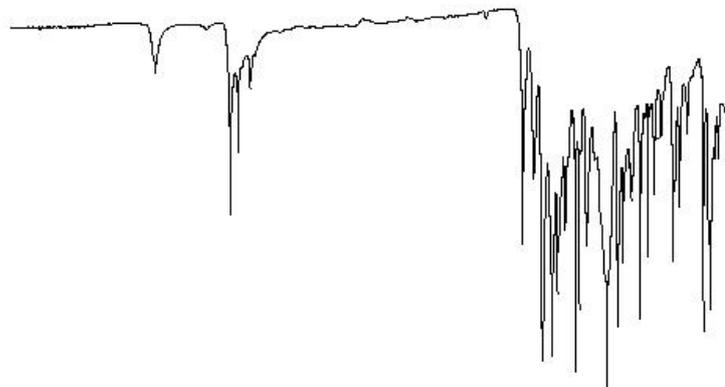


图 1 二甲戊灵标样红外光谱图

### 5.3.2 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的色谱峰的保留时间，其相对差值应在 1.5% 以内。

### 5.3.3 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的色谱峰的保留时间，其相对差值应在 1.5% 以内。

### 5.4 外观的测定

采用目测法测定。

### 5.5 二甲戊灵质量分数的测定

#### 5.5.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+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 240 nm 下对试样中的二甲戊灵进行高效液相色谱分离，外标法定量。也可采用气相色谱法测定二甲戊灵质量分数，色谱操作条件见附录 B。当发生质量争议时，以液相色谱法为仲裁法。

#### 5.5.2 试剂和溶液

5.5.2.1 乙腈：色谱级。

5.5.2.2 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

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

#### 5.5.3 仪器

5.5.3.1 高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

5.5.3.2 色谱柱：250 mm × 4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装  $C_{18}$ 、5  $\mu\text{m}$  填充物（或具有同等效果的色谱柱）。

5.5.3.3 定量进样管：5  $\mu\text{L}$ 。

5.5.3.4 超声波清洗器。

#### 5.5.4 高效液相色谱操作条件

5.5.4.1 流动相：体积比  $\psi_{(\text{乙腈:水})} = 85:15$ ，经滤膜过滤，并进行脱气。

5.5.4.2 流速：1.0 mL/min。

5.5.4.3 柱温：30  $^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

5.5.4.4 检测波长：240 nm。

5.5.4.5 进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

5.5.4.6 保留时间：二甲戊灵约 6.4 min。

5.5.4.7 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高效液相色谱图见图2。

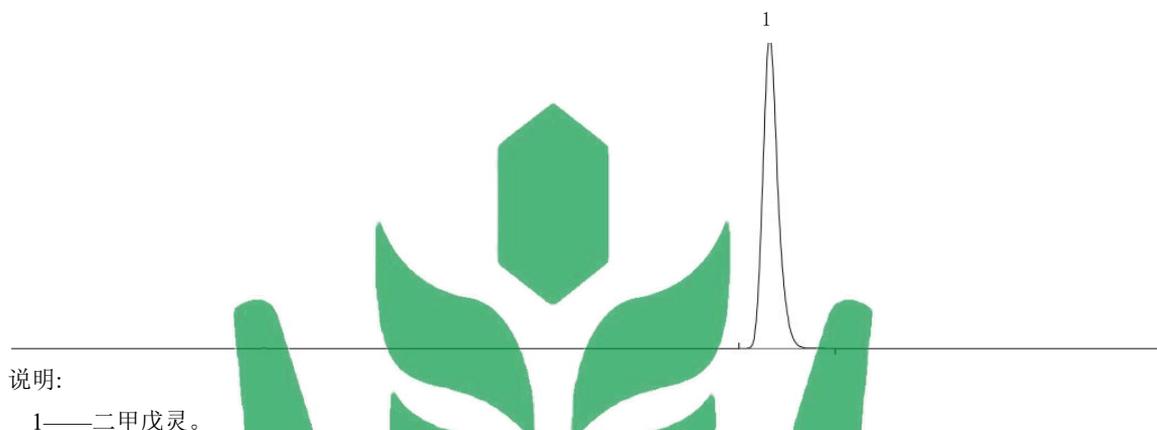


图2 二甲戊灵原药的高效液相色谱图

## 5.5.5 测定步骤

### 5.5.5.1 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，置于50 mL容量瓶中，加入40 mL乙腈，超声波振荡5 min使之溶解，冷却至室温，用乙腈稀释至刻度，摇匀。

### 5.5.5.2 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，置于50 mL容量瓶中，加入40 mL乙腈，超声波振荡5 min使之溶解，冷却至室温，用乙腈稀释至刻度，摇匀。

### 5.5.5.3 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%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。

### 5.5.6 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：

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

式中：

$\omega_1$ ——试样中二甲戊灵的质量分数，以百分数（%）表示；

$A_2$ ——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）；

$\omega$ ——标样中二甲戊灵的质量分数，以百分数（%）表示

$A_1$ ——标样溶液中二甲戊灵峰面积的平均值；

$m_2$ ——试样的质量，单位为克（g）。

### 5.5.7 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。

## 5.6 亚硝胺质量分数的测定

### 5.6.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+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 240 nm 下对试样中的亚硝胺进行高效液相色谱分离，外标法定量。

### 5.6.2 试剂和溶液

5.6.2.1 乙腈：色谱级。

5.6.2.2 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.6.2.3 亚硝胺标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

### 5.6.3 仪器

5.6.3.1 高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

5.6.3.2 色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装  $C_{18}$ 、5  $\mu\text{m}$  填充物（或具有同等效果的色谱柱）。

5.6.3.3 定量进样管：5  $\mu\text{L}$ 。

5.6.3.4 超声波清洗器。

### 5.6.4 高效液相色谱操作条件

5.6.4.1 流动相：体积比  $\psi_{(\text{乙腈:水})} = 55:45$ ，经滤膜过滤，并进行脱气。

5.6.4.2 流速：1.0 mL/min。

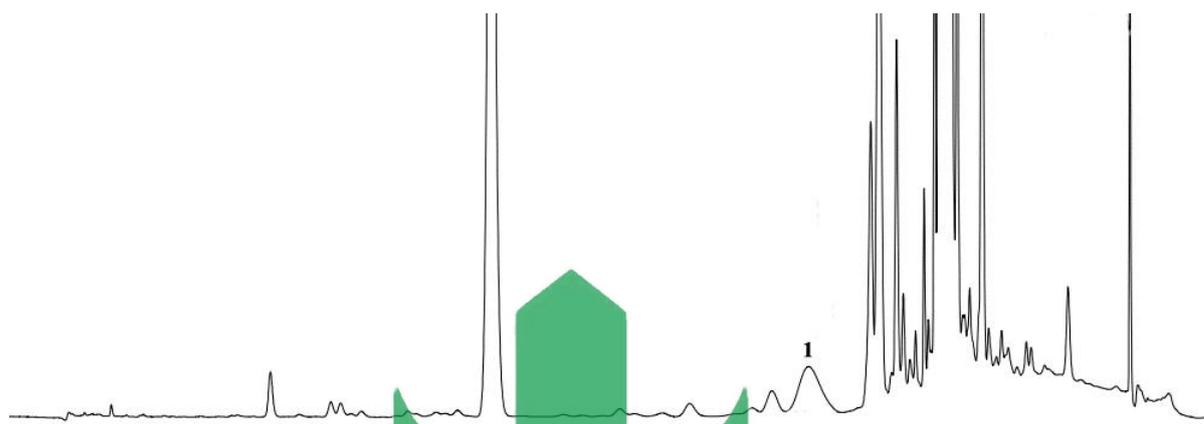
5.6.4.3 柱温：室温（温度变化不超过 2  $^{\circ}\text{C}$ ）。

5.6.4.4 检测波长：240 nm。

5.6.4.5 进样体积：5  $\mu\text{L}$ 。

5.6.4.6 保留时间：亚硝胺约 20.0 min。

5.6.4.7 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中亚硝胺的高效液相色谱图见图 3。



说明:

1——亚硝酸胺。

图3 二甲戊灵原药中亚硝酸胺的高效液相色谱图

### 5.6.5 测定步骤

#### 5.6.5.1 标样溶液的制备

称取0.05 g (精确至0.000 1 g) 亚硝酸胺标样, 置于50 mL容量瓶中, 加入20 mL乙腈, 超声波振荡2 min使之溶解, 冷却至室温, 用乙腈稀释至刻度, 摇匀得标样母液 I。准确移取1 mL标样母液 I 于100 mL容量瓶中, 用乙腈稀释并定容至刻度, 摇匀。

#### 5.6.5.2 试样溶液的制备

称取1.0 g (精确至0.000 1 g) 二甲戊灵原药试样, 置于10 mL容量瓶中, 加入5 mL乙腈, 超声波振荡2 min使之溶解, 冷却至室温, 用乙腈稀释至刻度, 摇匀, 过滤。

#### 5.6.5.3 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, 直至相邻两针亚硝酸胺峰面积相对变化小于1.2%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。

### 5.6.6 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的亚硝酸胺峰面积分别进行平均, 试样中亚硝酸胺质量分数按式(2)计算:

$$\omega_2 = \frac{A_4 \times m_3 \times \omega_3}{A_3 \times m_4} \dots \dots \dots (2)$$

式中:

$\omega_2$ ——试样中亚硝酸胺的质量分数, 以百分数(%)表示;

$A_4$ ——试样溶液中亚硝酸胺峰面积的平均值;

$m_3$ ——标样的质量, 单位为克(g);

$\omega_3$ ——标样中亚硝酸胺的质量分数, 以百分数(%)表示

$A_3$ ——标样溶液中亚硝酸胺峰面积的平均值;

$m_4$ ——试样的质量, 单位为克(g)。

### 5.6.7 允许差

亚硝胺质量分数两次平行测定结果的相对差值应不大于 15%，取其算术平均值作为测定结果。

### 5.7 水分的测定

按 GB/T 1600—2001 中 2.1 进行。

### 5.8 pH 值的测定

按 GB/T 1601 的进行。试样用  $\psi_{\text{(丙酮:水)}} = 65:35$  的溶液溶解。

### 5.9 丙酮不溶物的测定

按 GB/T 19138 进行。

## 6 检验规则

### 6.1 出厂检验

每批产品均应做出厂检验，经检验合格签发合格证后，方可出厂。出厂检验项目为第 4 章技术指标中除丙酮不溶物以外的所有项目。

### 6.2 型式检验

型式检验项目为第 4 章中的全部项目，在正常连续生产情况下，每 3 个月至少进行一次。有下述情况之一，应进行型式检验：

- 原料有较大改变，可能影响产品质量时；
- 生产地址、生产设备或生产工艺有较大改变，可能影响产品质量时；
- 停产后又恢复生产时；
- 国家法定质量监管机构提出型式检验要求时。

### 6.3 判定规则

按第 4 章技术要求对产品进行出厂检验和型式检验，任一项目不符合指标要求判为该批次产品不合格。

## 7 验收和质量保证期

### 7.1 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

### 7.2 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。

## 8 标志、标签、包装、储运

### 8.1 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。也可根据用户要求和订货协议，采用其它形式的包装，但应符合 GB 3796 中的有关规定。

### 8.2 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。



## A

附录 A  
(资料性)

## 二甲戊灵、亚硝胺的其它名称、结构式和基本物化参数

二甲戊灵、亚硝胺的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

## (1) 二甲戊灵

ISO 通用名称：Pendimethalin

CAS 登录号：40487-42-1

化学名称：*N*-(乙基丙基)-3,4-二甲基-2,6-二硝基苯胺

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

熔点(°C)：56

沸点(°C)：246 °C~251 °C分解

蒸气压(25 °C)：3.34 mPa

溶解度(g/L, 20 °C~25 °C)：水中 0.26 mg/L (pH 4), 0.265 mg/L (pH 9), 0.309 mg/L (pH 6); 丙酮>1000, 苯>1000, 氯仿>1000, 二氯甲烷>1000, 乙酸乙酯>1000, 正庚烷 333, 己烷 49, 甲醇 250, 甲苯>1000, 二甲苯>800

稳定性：在酸性和碱性介质中稳定，于 5 °C~130 °C 条件下储存稳定，光分解缓慢，水解  $DT_{50} < 21$  d。

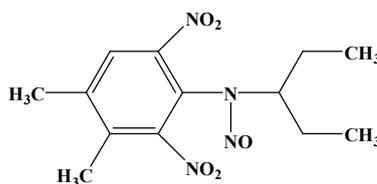
## (2) 亚硝胺

ISO 通用名称：*N*-nitroso-pendimethalin

CAS 号：68897-50-7

化学名称：*N*-亚硝基-*N*-(乙基丙基)-3,4-二甲基-2,6-二硝基苯胺

结构式：



分子式： $C_{13}H_{18}N_4O_5$

相对分子质量：310.31

## B

附录 B  
(资料性)  
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。

## B.2 试剂和溶液

B.2.1 三氯甲烷。

B.2.2 内标物：邻苯二甲酸二丁酯，应不含有干扰分析的杂质。

B.2.3 内标溶液：称取5.0 g邻苯二甲酸二丁酯，置于500 mL容量瓶中，用三氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀。

B.2.4 二甲戊灵标样：已知二甲戊灵质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

## B.3 仪器

B.3.1 气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器。

B.3.2 色谱柱：30 m×0.32 mm (i. d.) 毛细管柱，HP-5 (内涂(5%-苯基)-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

B.4.1 温度(℃)：柱室 200，气化室 250，检测器 250。

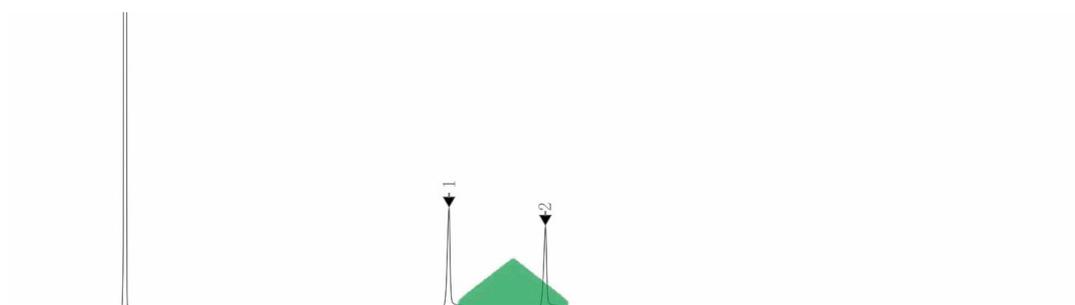
B.4.2 气体流量(mL/min)：载气(N<sub>2</sub>) 1.0，氢气 30，空气 300。

B.4.3 分流比：20:1。

B.4.4 进样量：1.0 μL。

B.4.5 保留时间(min)：邻苯二甲酸二丁酯约7.4、二甲戊灵约9.0。

B.4.6 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（图不用箭头）

## 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）二甲戊灵标样于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。

### 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中同一支移液管移入5 mL内标溶液，用三氯甲烷稀释至刻度，摇匀。

### 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与内标物峰面积比相对变化小于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：

$\omega_1$ ——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）；

$\omega$ ——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。

