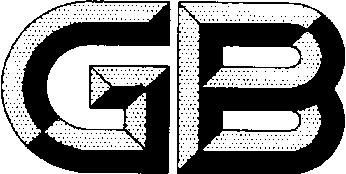
ICS 65.100.20

CCS G 25



中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX

|  |
| --- |
| 代替GB/T 24754—2009 |

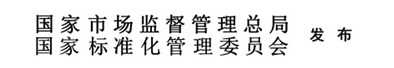
扑草净原药

Prometryn technical material

|  |
| --- |
| 征求意见稿 |
| （本稿完成日期：2025年11月） |
| 在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上 |

XXXX-XX-XX发布

XXXX-XX-XX实施



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。

本文件代替 GB/T 24754—2009《扑草净原药》，与 GB/T 24754—2009相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

—— 更改了扑草净质量分数技术指标（见4.2，2009版的3.2）；

—— 更改了氯化钠质量分数技术指标（见4.2，2009版的3.2）；

—— 将干燥减量指标改为水分（见4.2）；

—— 增加了pH值技术指标（见4.2）；

—— 更改了扑草净质量分数测定的气相色谱法，并规定该方法为仲裁法(见5.5.1，2009年版的4.3)；

—— 增加了扑草净质量分数的测定方法，液相色谱法（见5.5.2）；

—— 增加了检验规则（见6）；

—— 将验收期改为质量保证期（见7，2009版的5.7）。

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专利的责任。

本文件由中华人民共和国农业农村部提出。

本文件由全国农药标准化技术委员会（SAC/TC 133）归口。

本文件起草单位：沈阳沈化院测试技术有限公司等。

本文件主要起草人：赵清华等。

本文件所代替文件的历次版本发布情况为：

—— GB/T 24754—2009；

—— 本次为首次修订。

扑草净原药

1. 范围

本文件规定了扑草净原药的技术要求、检验规则、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运，描述了扑草净原药的试验方法。

本文件适用于扑草净原药产品的质量控制。

注：扑草净、扑灭津、莠灭净、西草净的其他名称、结构式和基本物化参数见附录A。

1. 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 601—2016 化学试剂标准滴定溶液的制备

GB/T 1600—2021 农药水分测定方法

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 43179—2023 农药*N*，*N*-二甲基甲酰胺不溶物测定方法

1. 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

1. 技术要求
   1. 外观

灰白色至白色粉末。

* 1. 技术指标

扑草净原药应符合表1要求。

1. 扑草净原药技术指标

|  |  |
| --- | --- |
| 项 目 | 指 标 |
| 扑草净质量分数/% | ≥97.0 |
| 扑灭津质量分数/% | ≤1.0 |
| 莠灭净质量分数/% | ≤1.0 |
| 西草净质量分数/% | ≤1.0 |
| 扑灭津、莠灭净、西草净质量分数之和/% | ≤2.0 |
| 氯化钠质量分数/% | ≤0.5 |
| 水分/% | ≤0.5 |
| *N*,*N*-二甲基甲酰胺不溶物/% | ≤0.5 |
| pH值 | 6.0~9.0 |

1. 试验方法

警告：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。

* 1. 一般规定

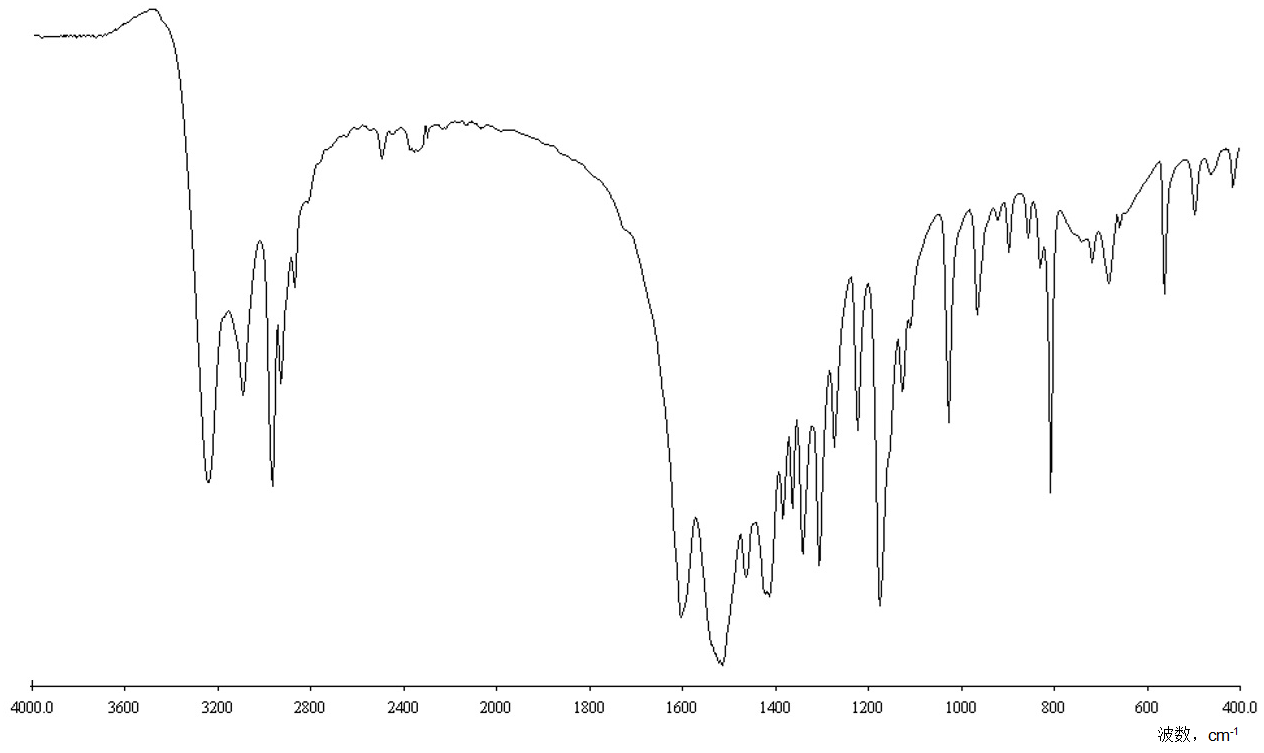
本文件所用试剂和水在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和蒸馏水。

* 1. 取样

按 GB/T 1605—2001中5.3.1进行。用随机数表法确定抽样的包装件，最终取样量应不少于100 g。

* 1. 鉴别试验
     1. 红外光谱法

扑草净原药与扑草净标样在4000 cm-1～400 cm-1范围的红外吸收光谱图应没有明显区别。扑草净标样红外光谱图见图1。



1. 扑草净标样的红外光谱图
   * 1. 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，试样溶液中某色谱峰的保留时间与标样溶液中扑草净的色谱峰的保留时间，其相对差值应在1.5%以内。

* + 1. 高效液相色谱法

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，试样溶液中某色谱峰的保留时间与标样溶液中扑草净的色谱峰的保留时间，其相对差应在1.5%以内。

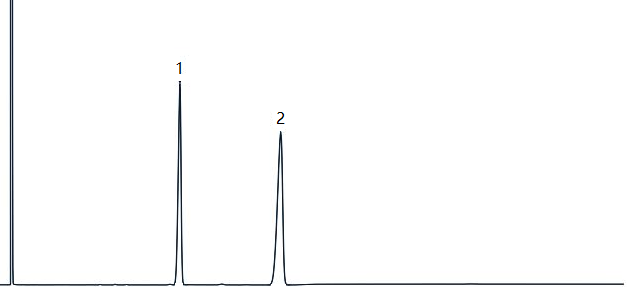
* 1. 外观

采用目测法测定。

* 1. 扑草净质量分数
     1. 气相色谱法（仲裁法）
        1. 方法提要

试样用三氯甲烷溶解，以邻苯二甲酸二正己酯为内标物，使用内壁键合聚乙二醇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，内标法定量。

* + - 1. 试剂和溶液
         1. 三氯甲烷。
         2. 内标物：邻苯二甲酸二正己酯，应没有干扰分析的杂质。
         3. 内标溶液A：称取2.5 g的邻苯二甲酸二正己酯于500 mL的容量瓶中，用三氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀。
         4. 扑草净标样：已知扑草净质量分数且不低于98.0%。
      2. 仪器
         1. 气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器。
         2. 色谱数据处理机或工作站。
         3. 色谱柱：15 m × 0.32 mm(内径)毛细管柱，内壁键合聚乙二醇20M固定液，膜厚0.25 μm(或具同等效果的色谱柱)。
         4. 微量进样器：10 μL。
      3. 气相色谱操作条件
         1. 温度（℃）：柱室210、气化室275、检测室300。
         2. 气体流量（mL/min）：载气（N2）2.0、氢气35、空气350，补偿气（N2）20。
         3. 分流比：40:1。
         4. 进样体积：1.0 μL。
         5. 保留时间：扑草净约5.9 min、内标物约9.0 min。
         6. 5.5.1.4.1~5.5.1.4.5的操作参数是典型的。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。典型的扑草净原药与内标物气相色谱图见图2。



标引序号说明：

1——扑草净。

2——内标物。

1. 扑草净原药与内标物气相色谱图
   * + 1. 测定步骤
          1. 标样溶液的制备

称取0.05 g（精确至0.000 1 g）扑草净标样，置于15 mL具塞玻璃瓶中，用移液管加入10 mL内标溶液A，摇匀。

* + - * 1. 试样溶液的制备

称取含扑草净0.05 g（精确至0.000 1 g）的试样，置于15 mL具塞玻璃瓶中，用5.5.1.5.1中移取内标溶液的同一支移液管移入10 mL内标溶液A，摇匀。

* + - * 1. 测定

在5.5.1.4的操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针扑草净与内标物的峰面积比相对变化小于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。

* + - 1. 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之比分别进行平均。试样中扑草净质量分数按公式(1)计算：

**..................................................................(1)

式中：

*w*1——试样中扑草净的质量分数，%；

*r*2——试样溶液中，扑草净与内标物峰面积比的平均值；

*m*1——扑草净标样质量的数值，单位为克（g）；

*w*b1——标样中扑草净的质量分数，%；

*r*1——标样溶液中，扑草净与内标物峰面积比的平均值；

*m*2——试样质量的数值，单位为克（g）。

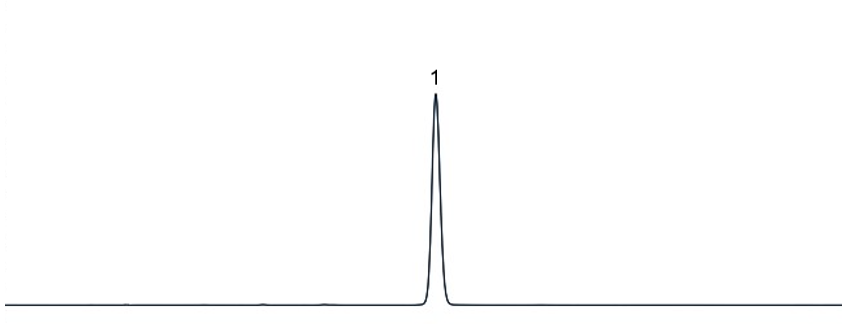
* + - 1. 允许差

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。

* + 1. 液相色谱法
       1. 方法提要

试样用甲醇溶解,以甲醇+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265 nm下，对试样中的扑草净进行高效液相色谱分离，外标法定量。

* + - 1. 试剂和溶液
         1. 甲醇：色谱级。
         2. 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。
         3. 扑草净标样：已知扑草净质量分数且不低于98.0%。
      2. 仪器
         1. 高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。
         2. 色谱柱：250 mm×4.6 mm(内径)不锈钢柱，内装 C18、5 μm 填充物(或具同等效果的色谱柱)。
         3. 超声波清洗器。
         4. 过滤器：滤膜孔径约0.45 μm。
      3. 高效液相色谱操作条件
         1. 流动相：*ψ*（甲醇:水）=75:25。
         2. 流速：1.0 mL/min。
         3. 柱温：室温(温度变化应不大于2 ℃)。
         4. 检测波长：265 nm。
         5. 进样体积：5 μL。
         6. 保留时间：扑草净约8.0 min。
         7. 5.5.2.4.1~5.5.2.4.6的操作参数是典型的，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。典型的扑草净原药高效液相色谱图见图3。



标引序号说明：

1——扑草净。

1. 扑草净原药的高效液相色谱图
   * + 1. 测定步骤
          1. 标样溶液的制备

称取0.05 g（精确至0.000 1 g）扑草净标样，置于100 mL容量瓶中，加入约80 mL甲醇，超声振荡5 min，冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀。

* + - * 1. 试样溶液的制备

称取含扑草净0.05 g（精确至0.000 1 g）的试样，置于100 mL容量瓶中，加入约80 mL甲醇，超声振荡5 min，冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀。

* + - * 1. 测定

在5.5.2.4的操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针扑草净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。

* + - 1. 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峰面积分别进行平均，试样中扑草净质量分数按公式(2)计算：

**....................................................................(2)

式中：

*w*1——试样中扑草净质量分数，%；

*A*2——试样溶液中，扑草净峰面积值的平均值；

*m*3——扑草净标样质量的数值，单位为克（g）；

*w*b1——标样中扑草净质量分数，%；

*A*1——标样溶液中，扑草净峰面积值的平均值；

*m*4——试样质量的数值，单位为克（g）。

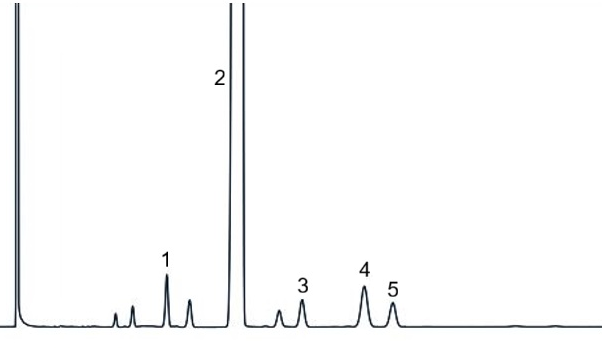
* + - 1. 允许差

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。

* 1. 扑灭津、莠灭净、西草净质量分数
     1. 方法提要

试样用三氯甲烷溶解，以邻苯二甲酸二正己酯为内标物，使用内壁键合聚乙二醇的毛细管柱和氢火焰离子化检测器，对试样中的扑灭津、莠灭净、西草净进行气相色谱的分离，内标法定量。本方法中扑灭津定量限为0.005 mg/mL、莠灭净、西草净的定量限均为0.01 mg/mL，样品中扑灭津的定量限为0.025%、莠灭净、西草净质量分数的定量限均为0.05%。

* + 1. 试剂和溶液
       1. 三氯甲烷。
       2. 内标物：邻苯二甲酸二正己酯，应没有干扰分析的杂质。
       3. 内标溶液B：移取3.0 mL的5.5.1.2.3中内标溶液A 于100 mL的容量瓶中，用三氯甲烷稀释至刻度，摇匀。
       4. 扑灭津标样：已知扑灭津质量分数且不低于98.0%。
       5. 莠灭净标样：已知莠灭净质量分数且不低于98.0%。
       6. 西草净标样：已知西草净质量分数且不低98.0%。
    2. 仪器
       1. 气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器。
       2. 色谱数据处理机或工作站。
       3. 色谱柱：15 m×0.32 mm(内径)毛细管柱，内壁键合聚乙二醇20M固定液，膜厚0.25 μm(或具同等效果的色谱柱)。
       4. 微量进样器：10 μL。
    3. 气相色谱操作条件
       1. 温度（℃）：柱室210、气化室275、检测室300。
       2. 气体流量（mL/min）：载气（N2）2.0、氢气35、空气350，补偿气（N2）20。
       3. 分流比：15:1。
       4. 进样体积：1.0 μL。
       5. 保留时间：内标物约9.0 min、扑灭津约4.1 min、莠灭净约7.4 min、西草净约9.5 min。
       6. 5.6.4.1~5.6.4.5的操作参数是典型的。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。典型的扑草净原药中莠灭净、扑草净、西草净与内标物气相色谱图见图4。



标引序号说明：

1——扑灭津。

2——扑草净。

3——莠灭净。

4——内标物。

5——西草净。

1. 扑草净原药中扑灭津、莠灭净、西草净与内标物的气相色谱图
   * 1. 测定步骤
        1. 标样溶液的制备

分别称取0.05 g（精确至0.000 1 g）扑灭津、莠灭净、西草净标样，置于三个50 mL容量瓶中，用三氯甲烷稀释至刻度，摇匀。准确移取上述各溶液1 mL于10 mL容量瓶中，用移液管加入5 mL内标溶液B，用三氯甲烷稀释至刻度，摇匀。

* + - 1. 试样溶液的制备

称取0.2 g（精确至0.000 1 g）试样，置于10 mL容量瓶中，用5.6.5.1中移取内标溶液的同一支移液管加入5 mL内标溶液B，用三氯甲烷稀释至刻度，摇匀。

* + - 1. 测定

在5.6.4的操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针扑灭津/莠灭净/西草净与内标物峰面积比相对变化小于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。

* + 1. 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灭津/莠灭净/西草净与内标物的峰面积之比分别进行平均。试样中扑灭津/莠灭净/西草净质量分数按公式(3)计算：

**..............................................................(3)

式中：

*w*2——试样中扑灭津/莠灭净/西草净的质量分数，%；

*r*4——试样溶液中，扑灭津/莠灭净/西草净与内标物峰面积比的平均值；

*m*5——扑灭津/莠灭净/西草净标样质量的数值，单位为克（g）；

*w*b2——标样中扑灭津/莠灭净/西草净的质量分数，%；

*r*3——标样溶液中，扑灭津/莠灭净/西草净与内标物峰面积比的平均值；

*m6*——试样质量的数值，单位为克（g）；

*n* ——标样稀释因子,*n*=50。

* + 1. 允许差

扑灭津、莠灭净和西草净质量分数两次平行测定结果之相对差应不大于10%，取其算术平均值作为测定结果。

* 1. 氯化钠质量分数
     1. 方法提要

试样用无水乙醇溶解，使用带硝酸钾盐桥的甘汞电极，用硝酸银标准滴定液对样品进行电位滴定。

* + 1. 试剂和溶液
       1. 无水乙醇。
       2. 硫酸。
       3. 硫酸溶液：*ψ*（硫酸：水）=1：1。
       4. 盐酸标准溶液：0.1 mol/L,按GB/T 601—2016中4.2制备。
       5. 硝酸银标准滴定溶液：0.1 mol/L,按GB/T 601—2016中4.21制备。
    2. 仪器
       1. 电位滴定仪：读数精确至2 mV。
       2. 参比电极：216型银电极。
       3. 指示电极：217型或其它带有硝酸钾盐桥的甘汞电极。
       4. 酸度计。
       5. 移液器:5 mL。
    3. 测定步骤

称取2 g（精确至0.0001 g）的试样，于250 mL烧杯中，加入20 mL无水乙醇溶解，加水80 mL，用硫酸溶液酸化至pH值为pH 1~pH 2。精确加入2 mL盐酸标准溶液，用硝酸银标准滴定溶液进行电位滴定。

* + 1. 计算

样品中氯化钠的质量分数按公式（4）计算：

.................................................（4）

式中：

*w*3——试样中氯化钠的质量分数，%；

*V*1——滴定中消耗硝酸银标准溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

*c*1——硝酸银标准滴定溶液摩尔浓度的数值，单位为摩尔/升（mol/L）；

*V*2——加入试样中盐酸标准溶体积的数值，单位为毫升（mL）；

*c*2——盐酸标准溶液摩尔浓度的数值，单位为摩尔/升（mol/L）；

*m*7——试样质量的数值，单位为克（g）；

58.5——氯化钠的摩尔质量，单位为克/摩尔（g/mol）；

10——换算系数。

* + 1. 允许差

氯化钠两次平行测定结果之相对差应不大于20%，取其算术平均值作为测定结果。

* 1. 水分

按 GB/T 1600—2021中4.2进行。

* 1. *N*,*N*-二甲基甲酰胺不溶物

按 GB/T 43179—2023中第6章进行。

* 1. pH值

按 GB/T 1601进行。

1. 检验规则
   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。出厂检验项目为外观、扑草净质量分数、水分、pH值。

* 1. 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：

a） 原料有较大改变，可能影响产品质量时；

b） 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；

c） 停产后又恢复生产时；

d） 国家质量监管机构提出型式检验要求时。

* 1. 判定规则

按 GB/T 8170—2008中4.3.3判定检验结果是否符合本文件要求。

出厂检验和型式检验中，任一项目不符合第4章的技术要求，则判定该批次产品不合格。

1. 验收和质量保证期
   1. 验收

应符合 GB/T 1604的规定。

* 1. 质量保证期

在8.2的储运条件下，扑草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，各项指标均应符合本文件要求。

1. 标志、标签、包装、储运
   1. 标志、标签、包装

扑草净原药的标志、标签、包装应符合 GB 3796的规定。

扑草净原药的包装应采用内衬塑料袋的纸板桶包装或塑料编织袋包装，每桶（袋）净重25 kg或50 kg；也可根据用户要求或订货协议可采用其他形式的包装，但应符合 GB 3796的规定。

* 1. 储运

扑草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，不应与食物、种子、饲料混放，避免与皮肤、眼睛接触，防止由口鼻吸入。

1. （资料性）  
   扑草净、扑灭津、莠灭净、西草净的其他名称、结构式和基本物化参数
   1. 扑草净

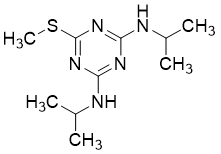
扑草净的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——ISO通用名称：prometryn；

——CAS登录号：7287-19-6；

——化学名称：*N* 2，*N* 4*-*二异丙基-6-（甲硫基）-1,3,5-三嗪-2,4-二胺；

——结构式：



——分子式：C10H19N5S；

——相对分子质量：241.4；

——生物活性：除草；

——熔点：118 ℃～120 ℃；

——蒸气压（20℃）：0.133 mPa；

——溶解度(20 ℃，g/L)：水中 33 mg/L，丙酮中 300，二氯甲烷中 300，正己烷中 5.5，甲醇中 160，辛醇中 100，甲苯中 200；

——稳定性：在中性、微酸性或微碱性介质中水解稳定。本品为碱性，土壤中DT50为40 d~70 d。

* 1. 扑灭津

扑灭津的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——ISO通用名称：propazine；

——CAS登录号：139-40-2；

——化学名称：6-氯- *N*2*，N*4-二异丙基-1,3,5-三嗪-2,4-二胺；

——结构式：



——分子式：C9H16ClN5；

——相对分子质量：229.7；

——溶解度（20 ℃～25 ℃，g/L）：水中8.6 mg/L，四氯化碳中2.5，乙醚中3.6，甲苯中 6.2，能溶于乙醇、丙酮、三氯甲烷等有机溶剂

* 1. 莠灭净

莠灭净的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——ISO通用名称：ametryn；

——CAS登录号：834-12-8；

——化学名称：*N*2-乙基-6-（甲硫基）-*N*4-（异丙基）-1,3,5-三嗪-2,4二胺；

——结构式：



——分子式：C9H17N5S；

——相对分子质量：227.3；

——生物活性：除草；

——熔点：86.3 ℃～87 ℃；

——蒸气压（25 ℃）：0.365 mPa；

——正辛醇-水分配系数（log Pow）：2.63；

——溶解度（20 ℃～25 ℃，g/L）：水中200 mg/L（pH 7.1），丙酮中 610，正己烷中 12，甲醇中 510，正辛醇中 220，甲苯中 470。

* 1. 西草净

西草净的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——ISO通用名称：simetryn；

——CAS登录号：1014-70-6；

——化学名称：*N2*,*N4*-二乙基-6-(甲硫基) -1,3,5 -三嗪-2,4-二胺；

——结构式：



——分子式：C8H15N5S；

——相对分子质量：213.3；

——溶解度（20 ℃～25 ℃，g/L）：水中428 mg/L，丙酮中 875；二氯甲烷中 1422；乙酸乙酯中 657；正己烷中5；甲醇中 592；甲苯中574。

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_