ICS 65.100.20
G 25
备案号:38705—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4468—2012

草除灵原药

Benazolin-ethyl technical material

2012-12-28 发布　　2013-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部　发布

前　言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准的附录 A 和附录 B 为资料性附录。

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/TC133)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:江苏长青农化股份有限公司、四川省化学工业研究设计院。

本标准主要起草人:高晓晖、王海霞、吉瑞香、陈茹娟、贾贺峰。

草除灵原药

1 范围

本标准规定了草除灵原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运、安全、验收期。

本标准适用于由草除灵及其生产中产生的杂质组成的草除灵原药。

注:草除灵的其他名称、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 农药水分测定方法(mod CIPAC MT 30)

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(mod ISO 3696:1987)

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(mod CIPAC MT 27)

GB/T 28135—2011 农药酸(碱)度测定方法 指示剂法

3 要求

3.1 外观

白色至淡黄色粉末。

3.2 技术指标

草除灵原药还应符合表1的要求。

表1 草除灵原药控制项目指标

项 目		指 标
草除灵质量分数/%	≥	96.0
丙酮不溶物[a]/%	≤	0.5
水分/%	≤	0.5
酸度(以 H_2SO_4 计)/%	≤	0.2
[a] 正常生产时,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——试样与草除灵标样在 4 000 cm^{-1}～400 cm^{-1} 范围内的红外吸收光谱图应无明显差异。草除灵标样红外光谱图见图 1。

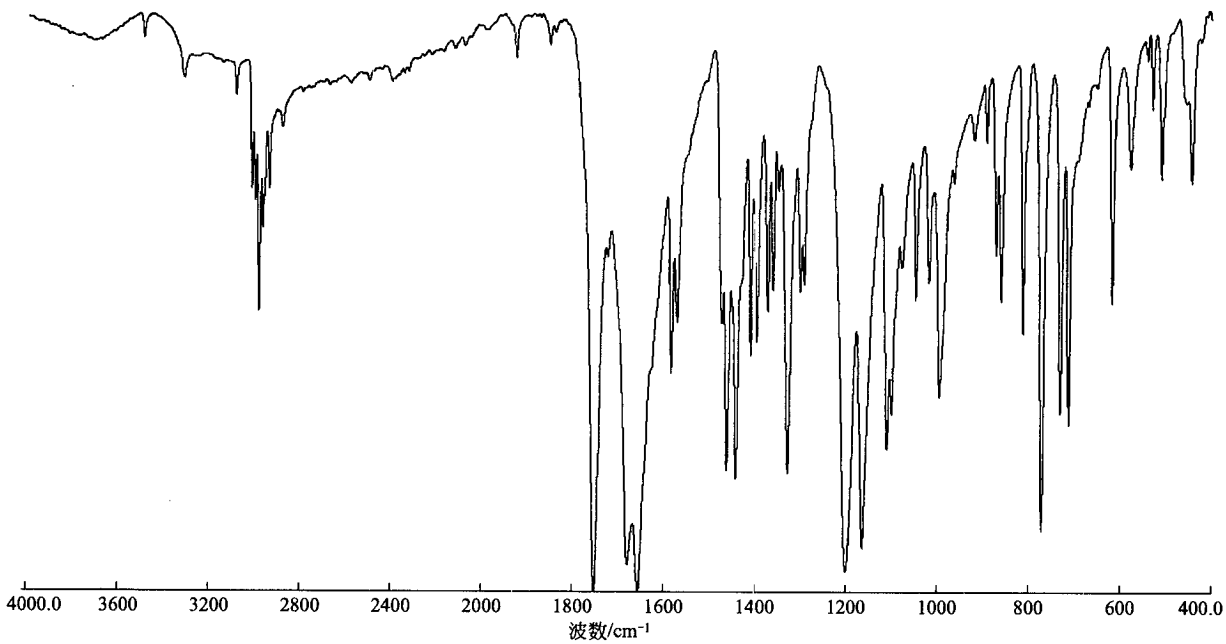


图 1 草除灵标样的红外光谱图

高效液相色谱法——本鉴别试验可与草除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草除灵的保留时间，其相对差值应在 1.5% 以内。

4.4 草除灵质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样用甲醇溶解，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(240 nm)，对试样中的草除灵进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。也可使用气相色谱法测定，色谱操作条件参见附录 B。

4.4.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯；

甲醇：色谱纯；

水：新蒸二次蒸馏水；

草除灵标样：已知草除灵质量分数，$w \geqslant 98.0\ \%$。

4.4.3 仪器

高效液相色谱仪：具有紫外可变波长检测器；

色谱数据处理机或工作站；

色谱柱：150 mm ×4.6 mm(i.d.)不锈钢柱，内装 C_{18}、5 μm 填充物；

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm；

微量进样器：50 μL；

定量进样管：5 μL；

超声波清洗器。

4.4.4 高效液相色谱操作条件

流动相：φ(乙腈)：φ(水)=60：40，经滤膜过滤，并进行脱气；

流速：1.0 mL/min；

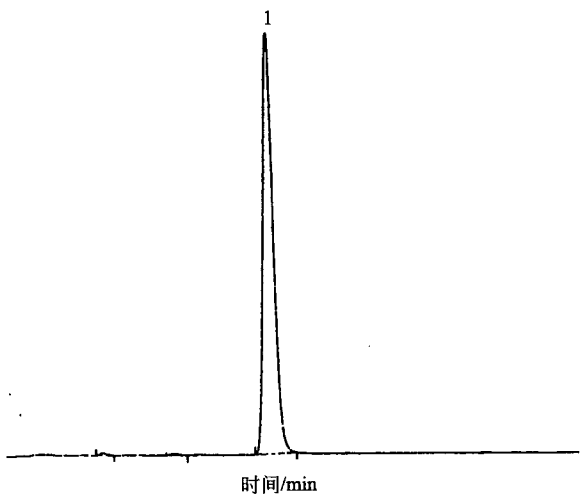
柱温：室温；

检测波长：240 nm；

进样体积：5 μL；

保留时间：草除灵约 4.8 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。典型的草除灵原药高效液相色谱图见图 2。



1——草除灵。

图 2 草除灵原药的高效液相色谱图

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的制备

称取草除灵标样 0.1 g(精确至 0.000 1 g)，置于 50 mL 容量瓶中，加甲醇振摇使之溶解，用甲醇稀释至刻度，摇匀。用移液管吸取 5 mL 上述试液于另一 50 mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的制备

称取含草除灵 0.1 g 的试样(精确至 0.000 1 g)，置于 50 mL 容量瓶中，加甲醇振摇使之溶解，用甲醇稀释至刻度，摇匀。用移液管吸取 5 mL 上述试液于另一 50 mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀。

4.4.5.3 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，直至相邻两针草除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。

4.4.5.4 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草除灵峰面积分别进行平均。试样中草除灵的质量分数，按式(1)计算：

$$w_1=\frac{A_2 m_1 w}{A_1 m_2} \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：

w_1——试样中草除灵的质量分数，以%表示；

A_2——试样溶液中，草除灵峰面积的平均值；

m_1——标样的质量，单位为克(g)；

w——标样中草除灵的质量分数，以%表示；

A_1——标样溶液中，草除灵峰面积的平均值；

m_2——试样的质量，单位为克(g)。

4.4.5.5 允许差

草除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。

4.5 丙酮不溶物的测定

按GB/T 19138进行。

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

按GB/T 28135—2011中“农药原药测定方法”进行。

4.8 产品的检验与验收

应符合GB/T 1604的规定。

5 标志、标签、包装、贮运、安全、验收期

5.1 标志、标签、包装

草除灵原药的标志、标签、包装应符合GB 3796的规定。

草除灵原药包装采用内衬塑料袋的编织袋或纸桶包装，每桶(袋)净含量25 kg。也可根据用户要求或订货协议采用其他形式的包装，但需符合GB 3796的规定。

5.2 贮运

草除灵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

草除灵为除草剂，在使用说明书或包装容器上，除应有相应的毒性标志外还应说明，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

草除灵原药验收期为1个月。从交货之日起1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）
草除灵的其他名称、结构式和基本物化参数

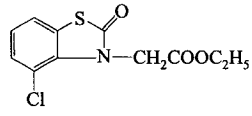
本产品有效成分草除灵的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO 通用名称：benazolin-ethyl

CAS 登记号：25059-80-7

化学名称：4-氯-2-氧代苯并噻唑-3-基乙酸乙酯

结构式：



实验式：$C_{11}H_{10}ClNO_3S$

相对分子质量：271.7

生物活性：除草

熔点：79.2 ℃

蒸气压(25 ℃)：0.37×10^{-3} Pa

溶解度(20 ℃，g/L)：水 0.047，丙酮 229，乙酸乙酯 148，二氯甲烷 603，甲苯 198，甲醇 28.5

稳定性：在酸性和中性下稳定，在碱性条件下易分解，热稳定性好

附 录 B
（资料性附录）
草除灵质量分数气相色谱测定方法

B.1 方法提要

试样用乙酸乙酯溶解，以邻苯二甲酸二戊酯为内标物，使用 HP-5 毛细管柱和氢火焰离子化检测器，对试样中的草除灵进行气相色谱分离和测定，内标法定量。

B.2 试剂和溶液

乙酸乙酯；

草除灵标样：已知质量分数，$w \geqslant 98.0\ \%$；

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 3.5 g，置于 250 mL 容量瓶中，用乙酸乙酯溶解并稀释至刻度，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：30 m×0.32 mm(i.d.)毛细管柱，键合 HP-5(5 %苯甲基硅酮)，膜厚 0.25 μm。

B.4 气相色谱操作条件

温度(℃)：柱温 210，汽化室 250，检测器 260；

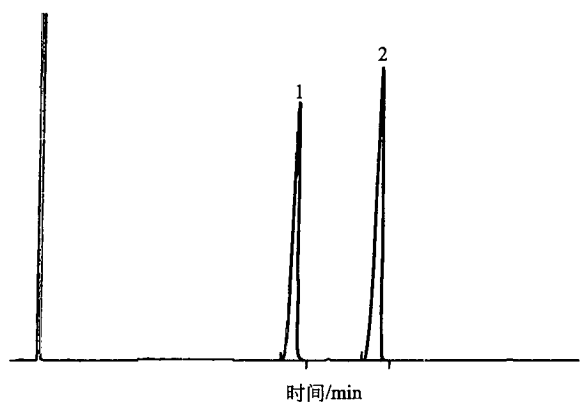
气体流量(mL/min)：载气(N_2)2.0，氢气 30，空气 300，补偿气 25；

分流比：20∶1；

进样量：1.0 μL；

保留时间(min)：草除灵 7.8，内标物 9.8。

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。典型的草除灵原药与内标物的气相色谱图见图 B.1。



1——草除灵；

2——内标物。

图 B.1 草除灵原药与内标物的气相色谱图

B.5 测定步骤

B.5.1 标样溶液的配制

称取草除灵标样 0.05 g(精确至 0.000 1 g),置于具塞玻璃瓶中,用移液管加入 5 mL 内标溶液,摇匀。

B.5.2 试样溶液的配制

称取约含草除灵 0.05 g(精确至 0.000 1 g)的试样,置于具塞玻璃瓶中,用与 B.5.1 同一支移液管加入 5 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,计算各针草除灵与内标物峰面积之比的重复性,待相邻两针草除灵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。

B.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草除灵和内标物的峰面积比分别进行平均。试样中草除灵的质量分数,按式(B.1)计算:

$$w_1=\frac{r_2 m_1 w}{r_1 m_2} \quad \cdots\cdots (B.1)$$

式中:

w_1——试样中草除灵的质量分数,以%表示;

r_2——试样溶液中,草除灵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——标样中草除灵的质量分数,以%表示;

r_1——标样溶液中,草除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.7 允许差

草除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。