ICS 65.100.20
G 25
备案号:38706—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4469—2012

草除灵悬浮剂

Benazolin-ethyl aqueous suspension concentrates

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、江苏省农垦生物化学有限公司。

本标准主要起草人:高晓晖、王海霞、吉瑞香、陈茹娟、华敬本。

草除灵悬浮剂

1 范围

本标准规定了草除灵悬浮剂的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运、安全、保证期。

本标准适用于由草除灵原药与适宜的助剂和填料加工制成的草除灵悬浮剂。

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 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 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 14825 农药悬浮率测定方法

GB/T 16150 农药粉剂、可湿性粉剂细度测定方法

GB/T 19136 农药热贮稳定性测定方法

GB/T 19137 农药低温稳定性测定方法

GB/T 28137—2011 农药持久起泡性测定方法

3 要求

3.1 组成与外观

本品应由符合标准的草除灵原药制成,应是可流动的、易测量体积的悬浮液体,存放过程中可能出现沉淀,但经摇动后,应恢复原状,不应有结块。

3.2 技术指标

草除灵悬浮剂还应符合表1的要求。

表 1 草除灵悬浮剂控制项目指标

项目			指标		
			30 %	42 %	50 %
草除灵质量分数/%			$30.0^{+1.5}_{-1.5}$	$42.0^{+2.1}_{-2.1}$	$50.0^{+2.5}_{-2.5}$
pH 值范围			5.0～8.0		
悬浮率/%		≥	90		
倾倒性	倾倒后残余物/%	≤	5.0		
	洗涤后残余物/%	≤	0.5		
湿筛试验(通过 75 μm 试验筛)/%		≥	98		
持久起泡性(1 min 后泡沫量)/mL		≤	30		
低温稳定性[a]			合格		
热贮稳定性[a]			合格		
[a] 正常生产时,低温稳定性、热贮稳定性试验每 3 个月至少测定 1 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"液体制剂采样"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 600 mL。

4.3 鉴别试验

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。

当用以上方法对有效成分鉴别有疑问时,可采用其他有效方法进行鉴别。

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；

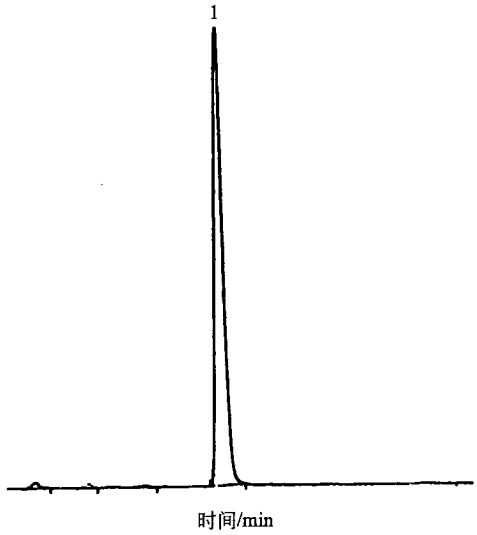
柱温：室温；

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。典型的草除灵悬浮剂高效液相色谱图见图 1。



1——草除灵。

图 1 草除灵悬浮剂的高效液相色谱图

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。

4.4.6 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)。

4.4.7 允许差

草除灵质量分数两次平行测定结果之差不大于1.0 %，取其算术平均值作为测定结果。

4.5 pH值的测定

按GB/T 1601进行。

4.6 悬浮率的测定

按GB/T 14825进行。称取1 g试样(精确至0.000 1 g)。用50 mL甲醇将量筒内剩余的25 mL悬浮液及沉淀物全部转移至100 mL容量瓶中，用甲醇定容至刻度，在超声波下振荡5 min，摇匀，过滤。按4.4测定草除灵质量，计算其悬浮率(气相色谱法：将量筒内剩余的25 mL悬浮液及沉淀物全部转移至100 mL烧杯中，在干燥箱105 ℃下烘干，按照附录B的方法测定草除灵质量，计算其悬浮率)。

4.7 倾倒性试验

4.7.1 方法提要

将置于容器中的悬浮剂试样放置一定时间后，按照规定的程序进行倾倒，测定滞留在容器内试样的量；将容器用水洗涤后，再测定容器内试样的量。

4.7.2 仪器

具磨口塞量筒：(500±2) mL，量筒高度39 cm，上、下刻度间距25 cm(或相当的适用于测定倾倒性的其他容器)。

4.7.3 测定步骤

混合好足量试样，及时将其中的一部分置于已称量的量筒(包括塞子)中，装到量筒体积的8/10处，塞紧磨口塞，称量，放置24 h。打开塞子，将量筒由直立位置旋转135°，倾倒60 s，再倒置60 s，重新称量量筒和塞子。

将相当于80 %量筒体积的水(20 ℃)倒入量筒中，塞紧磨口塞，将量筒颠倒10次后，按上述操作倾倒内容物，第三次称量量筒和塞子。

4.7.4 计算

倾倒后的残余物质量分数和洗涤后的残余物质量分数分别按式(2)和式(3)计算：

$$w_2=\frac{m_2-m_0}{m_1-m_0} \quad \cdots\cdots (2)$$

$$w_3=\frac{m_3-m_0}{m_1-m_0} \quad \cdots\cdots (3)$$

式中：

w_2——倾倒后的残余物质量分数，以%表示；

m_2——倾倒后，量筒、磨口塞和残余物的质量，单位为克(g)；

m_0——量筒、磨口塞恒重后的质量，单位为克(g)；

m_1——量筒、磨口塞和试样的质量，单位为克(g)；

w_3——洗涤后的残余物质量分数，以%表示；

m_3——洗涤后，量筒、磨口塞和残余物的质量，单位为克(g)。

4.8 湿筛试验

按 GB/T 16150 中“湿筛法”进行。

4.9 持久起泡性

按 GB/T 28137—2011 进行。

4.10 低温稳定性试验

按 GB/T 19137 中“悬浮制剂”规定的方法进行。按本标准 4.8 测定湿筛试验，其结果符合标准要求为合格。

4.11 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136 中“液体制剂”进行。热贮后，草除灵质量分数应不低于热贮前测得质量分数的 97 %，悬浮率仍应符合标准要求。

4.12 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、保证期

5.1 标志、标签、包装

草除灵悬浮剂的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定。

草除灵悬浮剂的包装应用清洁、干燥的带外盖的塑料瓶包装，每瓶净含量 80 g、100 g、200 g。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

草除灵悬浮剂包装件应贮存在通风、干燥的库房中。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 保证期

在规定的贮运条件下，草除灵悬浮剂的保证期，从生产日期算起为两年。

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

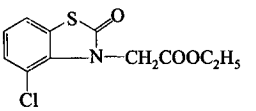
本产品有效成分草除灵的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

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，$w \geq 98.0\ \%$；

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；

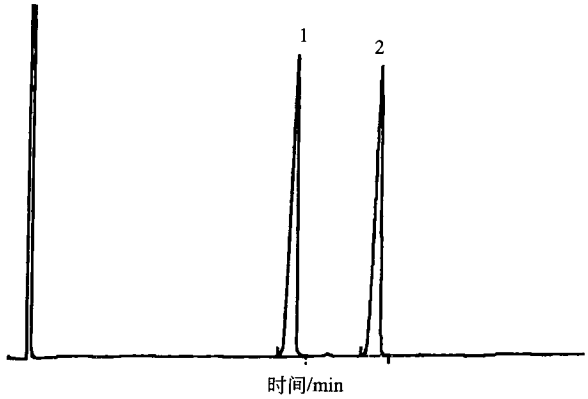
气体流量(mL/min)：载气(N_2)2.0，氢气 30，空气 300，补偿气 25；

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。典型的草除灵悬浮剂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不大于 1.0 %,取其算术平均值作为测定结果。