ICS 65.100
G 25

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG 3291～3297—2001

农　药
(2001)

2002-01-24 发布　　2002-07-01 实施

国家经济贸易委员会 发布

备案号:10079—2002
HG 3292—2001

前　言

本标准的第3章、第5章是强制性的,其余是推荐性的。

本标准是对强制性化工行业标准HG 3292—1989《丁草胺乳油》修订而成。

本标准与HG 3292—1989的主要差异为:

——增加了前言。

——将丁草胺含量指标分别由$60\%^{+2.0}_{-1.0}$、$50\%^{+2.0}_{-1.0}$调整为$60\%^{+2.0}_{-2.0}$、$50\%^{+2.0}_{-2.0}$。

——将pH值范围由5～8调整为5.0～8.0。

——取消了保证期内丁草胺含量降低不超过3%的规定,同时增加了两年保证期内水分允许升至0.8%。

本标准自实施之日起,同时代替HG 3292—1989。

本标准由原国家石油和化学工业局政策法规司提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会归口。

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:江苏绿利来股份公司、南通江山农药化工股份有限公司。

本标准主要起草人:高晓晖、武铁军、徐亚萍、袁伟健、诸本贤。

本标准于1989年首次发布为专业标准,1999年转化为强制性化工行业标准,并重新编号为HG 3292—1989。

本标准委托全国农药标准化技术委员会秘书处负责解释。

中华人民共和国化工行业标准

HG 3292—2001

代替 HG 3292—1989

丁草胺乳油

Butachlor Emulsifiable Concentrates

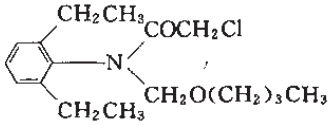
该产品有效成分丁草胺的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO 通用名称：Butachlor

CIPAC 数字代号：354

化学名称：*N*-(2,6-二乙基苯基)-*N*-丁氧甲基氯乙酰胺

结构式：



实验式：$C_{17}H_{26}ClNO_2$

相对分子质量：311.9(按 1997 年国际相对原子质量)

生物活性：除草

蒸气压(25℃)：2.4×10^{-1} mPa

相对密度(25℃)：1.076

闪点：>135℃

溶解度(20℃)：水中 20 mg/L；能与乙醚、丙酮、乙醇、己烷、三氯甲烷混溶

稳定性：对紫外光稳定；165℃开始分解；土壤中残留时间为 42～70 d

1 范围

本标准规定了丁草胺乳油的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由符合标准的丁草胺原药与乳化剂溶解在适宜的溶剂中配制成的丁草胺乳油。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 1600—1979(1989) 农药水分测定方法

GB/T 1601—1993 农药 pH 值测定方法

GB/T 1603—1979(1989) 农药乳剂稳定性测定方法

GB/T 1604—1995 商品农药验收规则

GB/T 1605—1979(1989) 商品农药采样方法

GB 4838—2000 农药乳油包装

3 要求

3.1 外观：应是稳定的均相液体，无可见的悬浮物和沉淀。

3.2 丁草胺乳油应符合表 1 要求。

国家经济贸易委员会 2002-01-24 批准　　2002-07-01 实施

表 1　丁草胺乳油控制项目指标

项　　目	指　　标	
	60%乳油	50%乳油
丁草胺含量，%	$60.0^{+2.0}_{-2.0}$	$50.0^{+2.0}_{-2.0}$
水分，%　　≤	0.4	
pH 值范围	5.0～8.0	
乳液稳定性(稀释 200 倍)	合格	
低温稳定性	合格	
热贮稳定性	合格	
注：低温、热贮稳定性试验在正常生产情况下，至少每三个月检验一次。		

4　试验方法

4.1　抽样

按照 GB/T 1605—1979(1989)中“乳剂和液体状态的采样”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 200 mL。

4.2　鉴别试验

4.2.1　气相色谱法：本鉴别试验可与丁草胺含量的测定同时进行。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丁草胺色谱峰的保留时间，其相对差值应在 1.5%以内。

4.2.2　液相色谱法：本鉴别试验使用 C_{18} 柱，以 $\psi(CH_3OH：H_2O)=70：30$(pH=3)为流动相，在检测波长为 225 nm 的相同液谱操作条件下，试样溶液某一色谱峰的保留时间与标样溶液中丁草胺色谱峰的保留时间，其相对差值应在 1.5%以内。

4.3　丁草胺含量的测定

4.3.1　方法提要

试样用三氯甲烷溶解，以磷酸三苯酯为内标物，使用 5%SE-30/Chromosorb W AW DMCS(180～250 μm)为填充物的玻璃柱或不锈钢柱和氢火焰离子化检测器，对试样中的丁草胺进行气相色谱分离和测定。

4.3.2　试剂和溶液

三氯甲烷。

丁草胺标样：已知含量大于等于 99.0%。

内标物：磷酸三苯酯，应没有干扰分析的杂质。

固定液：SE-30。

载体：Chromosorb W AW DMCS(180～250μm)。

内标溶液：称取磷酸三苯酯 2.0 g，置于 100 mL 容量瓶中，加适量三氯甲烷溶解，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。

色谱柱：2.0 m×3.2 mm(i.d.)玻璃柱或不锈钢柱。

柱填充物：SE-30 [固定液：(固定液＋载体)＝5：100]涂渍在 Chromosorb W AW DMCS(180～250μm)上。

4.3.4　色谱柱的制备

4.3.4.1 固定液的涂渍

准确称取 0.5 g SE-30 固定液于 250 mL 烧杯中，加入适量(略大于载体体积)三氯甲烷使其完全溶解，倒入 9.5 g 载体，轻轻振动，使之混合均匀并使溶剂挥发近干，再将烧杯放入 120℃的烘箱中干燥 1 h，取出放在干燥器中冷却至室温。

4.3.4.2 色谱柱的填充

将一小漏斗接到经洗涤干燥的色谱柱的出口，分次把制备好的填充物填入柱内，同时不断轻敲柱壁，直至填到离柱出口 1.5 cm 处为止。将漏斗移至色谱柱的入口，在出口端塞一小团经硅烷化处理的玻璃棉，通过橡皮管连接到真空泵上，开启真空泵，继续缓缓加入填充物，并不断轻敲柱壁，使其填充的均匀紧密。填充完毕，在入口端也塞一小团玻璃棉，并适当压紧，以保持柱填充物不被移动。

4.3.4.3 色谱柱的老化

将色谱柱入口端与气化室相连，出口端暂不接检测器，以 15 mL/min 的流量通入载气(N_2)，分阶段升温至 260℃，并在此温度下老化 48 h。

4.3.5 气相色谱操作条件

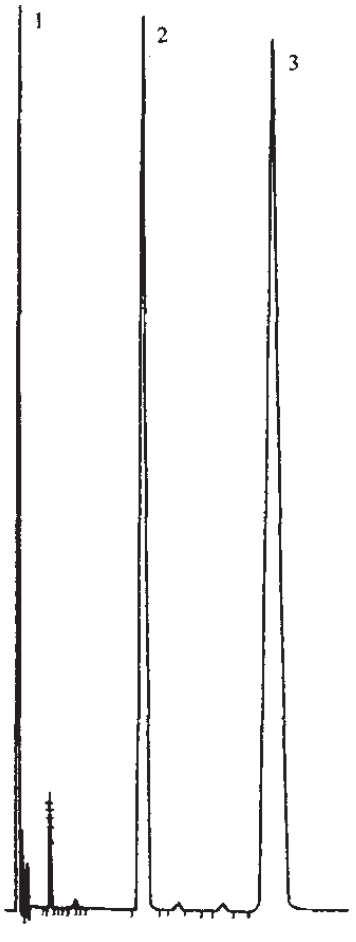
温度(℃)：柱温 225，气化室 280，检测器室 280。

气体流量(mL/min)：载气(N_2)40，氢气 40，空气 400。

进样量(μL)：0.6。

保留时间(min)：丁草胺 7.0，内标物 13.5。

上述操作参数是典型的，可根据不同仪器特点，对给定操作参数作适当调整，以期获得最佳效果。典型的丁草胺乳油气相色谱图见图 1。



1—溶剂；2—丁草胺；3—内标物

图 1 丁草胺乳油气相色谱图

4.3.6 测定步骤

4.3.6.1 标样溶液的配制

称取丁草胺标样 0.1 g(精确至 0.000 2 g),置于一具塞玻璃瓶中,用移液管准确加入 5 mL 内标溶液,摇匀。

4.3.6.2 试样溶液的配制

称取含丁草胺约 0.1 g 的试样(精确至 0.000 2 g),置于一具塞玻璃瓶中,用与 4.3.6.1 中使用的同一支移液管准确加入 5 mL 内标溶液,摇匀。

4.3.6.3 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,计算各针相对响应值的重复性,待相邻两针丁草胺的相对响应值变化小于 1.5%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。

4.3.7 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丁草胺与内标物峰面积之比,分别进行平均。

试样中的丁草胺质量分数 X_1(%),按式(1)计算:

$$X_1=\frac{r_2 m_1 P}{r_1 m_2} \quad \cdots\cdots (1)$$

式中:r_1——标样溶液中,丁草胺与内标物峰面积比的平均值;

r_2——试样溶液中,丁草胺与内标物峰面积比的平均值;

m_1——标样的质量,g;

m_2——试样的质量,g;

P——标样中,丁草胺的质量分数,%。

4.3.8 允许差

两次平行测定结果之差,丁草胺应不大于 1.0%。取其算术平均值作为测定结果。

4.4 水分的测定

按 GB/T 1600—1979(1989)中的"卡尔·费休"法进行。允许使用精度相当的微量水分测定仪测定。

4.5 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.6 乳液稳定性试验

按 GB/T 1603 进行。试验结果,上无浮油、下无沉油和沉淀为合格。

4.7 低温稳定性试验

4.7.1 方法提要

试样在 0℃保持 1 h,记录有无固体和油状物析出,继续在 0℃下贮存 7 d,离心将固体析出物沉降,记录其体积。

4.7.2 仪器

制冷器:保持(0±2)℃。

离心管:100 mL,管底刻度精确至 0.05 mL。

离心机:与离心管配套。

4.7.3 试验步骤

取(100±1.0)mL 的样品加入离心管中,在制冷器中冷却至(0±2)℃,让离心管及其内容物在(0±2)℃下保持 1 h,其间每隔 15 min 搅拌一次,每次 15 s,检查并记录有无固体物或油状物析出。将离心管放回制冷器,在(0±2)℃继续放置 7 d,之后将离心管取出,在室温(不超过 20℃)下静置 3 h,离心分离 15 min(管子顶部相对离心力为 500g~600g,g 为重力加速度)。记录管子底部析出物的体积(精确

至 0.05 mL)。析出物不超过 0.3 mL 为合格。

4.8 热贮稳定性试验

4.8.1 仪器

恒温箱(或恒温水浴):(54±2)℃。

安瓿瓶(或 54℃仍能密封的具塞瓶):50mL。

医用注射器:50 mL。

4.8.2 测定步骤

用注射器将约 30 mL 乳油试样,注入干净的安瓿(或玻璃瓶)中(避免试样接触瓶颈),置此安瓿于冰盐浴中至冷,用高温火焰迅速封口(避免溶剂挥发)。至少封三瓶,分别称量。将封好的安瓿瓶置于金属容器内,再将金属容器放入(54±2)℃恒温箱(或水浴)中,放置 14 d 取出冷至室温,将安瓿瓶外部擦净后分别称量,质量未发生变化的试样,于 24 h 内,对丁草胺含量和乳液稳定性进行检验。检验结果应符合标准要求。

4.9 产品的检验与验收

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 丁草胺乳油的标志、标签和包装,应符合 GB 4838 的规定。

5.2 丁草胺乳油应用带有瓶塞及瓶盖的棕色玻璃瓶或聚酯瓶包装,每瓶净含量为 100 g、450 g、500 g 等,外包装用钙塑箱或瓦楞纸箱,每箱净含量应不超过 15 kg。

5.3 根据用户要求或订货协议,可以采用其他形式的包装,但应符合 GB 4838 的规定。

5.4 包装件应贮存在通风、干燥的库房中。

5.5 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。

5.6 丁草胺属低毒除草剂。使用本品应带防护手套。喷雾时要顺风方向进行,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。

5.7 在规定的贮运条件下,丁草胺乳油的保证期,从生产日期算起为二年。在两年保证期内,水分允许升至 0.8%。