

ICS 65.100.20
G 25
备案号:18220—2006

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3885—2006

异丙草胺·莠去津悬乳剂

Proisochlor Atrazine Aqueous suspo-emulsion

2006-07-26 发布

2007-03-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会(CSBTS/TC133)归口。

本标准负责起草单位:沈阳化工研究院负责起草。

本标准主要起草人:王玉范、张雪冰。

本标准委托全国农药标准化技术委员会秘书处负责解释。

异丙草胺·莠去津悬乳剂

本产品中各有效成分的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

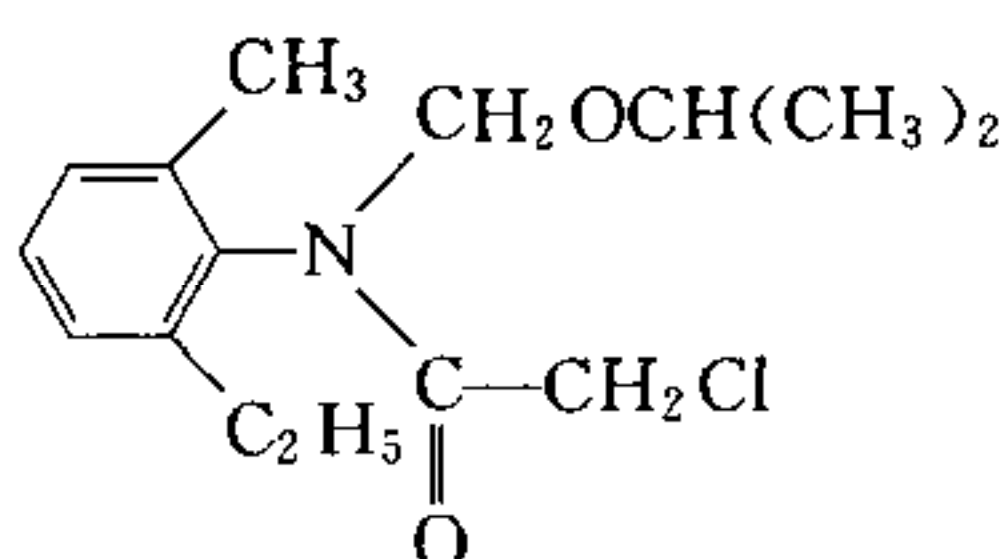
a) 异丙草胺

ISO 通用名称: Proisochlor

化学名称: *N*-(2-乙基-6-甲基苯基)-*N*-(异丙氧基甲基)-氯乙酰胺

CA 登记号: 86763-47-5

结构式:



实验式: $C_{15}H_{22}ClNO_2$

相对分子质量(按 2001 年国际相对原子质量计): 283.8

生物活性: 除草

熔点: $21.6\text{ }^{\circ}\text{C}$

溶解度(g/L, $20\text{ }^{\circ}\text{C}$): 水中 0.184, 溶于大多数有机溶剂。

稳定性: 不易挥发和光解。

b) 莠去津

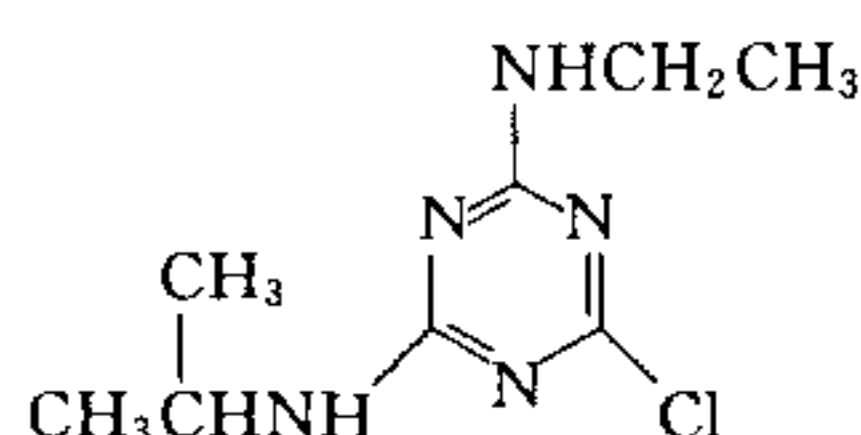
ISO 通用名称: Atrazine

CIPAC 数字代码: 934

CA 登记号: 1912-24-9

化学名称: 6-氯-2-乙基氨基-4-异丙基氨基-1,3,5-三嗪

结构式:



实验式: $C_8H_{14}ClN_5$

相对分子质量: 215.7

生物活性: 除草

熔点: $175.8\text{ }^{\circ}\text{C}$

蒸气压($20\text{ }^{\circ}\text{C}$): 0.04 mPa

密度($20\text{ }^{\circ}\text{C}$): 1.187 g/cm^3

溶解度($25\text{ }^{\circ}\text{C}$): 水中 30 mg/L、三氯甲烷 52 g/kg、乙醚 12 g/kg、乙酸乙酯 28 g/kg、甲醇 18 g/kg、辛醇 10 g/kg

稳定性: 在 $70\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、中性介质中缓慢水解为无除草活性的 6-羟基衍生物; 在酸性或碱性介质中水解速度较快; 在土壤中 $DT_{50} = 60\text{ d} \sim 150\text{ d}$

1 范围

本标准规定了异丙草胺·莠去津悬乳剂的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于异丙草胺、莠去津原药与助剂制成的异丙草胺·莠去津悬乳剂。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

- 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 4838 农药乳油包装
- GB/T 14825 农药可湿性粉剂悬浮率测定方法
- 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

3 要求

3.1 组成和外观:本品应由符合标准的异丙草胺、莠去津原药与适宜的助剂和水加工制成,外观应是可流动、易测量体积的稳定悬浮乳状液,贮存过程中可能出现分层或沉淀,经手摇动应恢复原状,不应有结块。

3.2 异丙草胺·莠去津悬乳剂应符合表 1 要求。

表 1 异丙草胺·莠去津悬乳剂控制项目指标

项 目			指 标
异丙草胺质量分数/%			标明含量 ^b $\pm\frac{A}{B}$
莠去津质量分数/%			标明含量 ^b $\pm\frac{A}{B}$
异丙草胺悬浮率/%		≥	90
莠去津悬浮率/%		≥	90
pH 值范围			6.0~9.0
倾倒性	倾倒后残余物/%	≤	5.0
	洗涤后残余物/%	≤	0.5
细度(通过 45 μm 孔径筛)/%		≥	98
持久起泡性(1min 后)/mL		≤	25
分散稳定性 ^a			合格
低温稳定性 ^a			合格
热贮稳定性 ^a			合格
^a 分散稳定性、低温稳定性、热贮稳定性试验在正常生产情况下,每 3 个月至少进行一次。			
^b 当标明含量≤20.0 时,A=1,B=1;当标明含量>20.0 时,A=2,B=1。			

4 试验方法

4.1 抽样

按照 GB/T 1605—2001 中 5.3.2“液体制剂采样”方法进行。用随机数表法确定抽样的包装件,最终抽样量不少于 1 000 mL。

4.2 鉴别试验

气相色谱法——本鉴别试验可与异丙草胺、莠去津质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液某一色谱峰的保留时间与标样溶液中异丙草胺或莠去津色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5 % 以内。

4.3 异丙草胺和莠去津质量分数的测定

4.3.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解,以三唑酮为内标物,使用 HP-5(5 % 二苯基+95 % 二甲基聚硅酮)涂壁的毛细管色谱柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的异丙草胺和莠去津进行气相色谱分离和测定。

4.3.2 试剂和溶液

三氯甲烷:色谱纯。

三唑酮:≥95.0 %,不应含有干扰分析的杂质。

异丙草胺标样:已知含量,≥98.0 %。

莠去津标样:已知含量,≥98.0 %。

内标溶液:称取 20.0 g 的三唑酮,置于 1 000 mL 容量瓶中,用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。

色谱柱:30 m×0.32 mm(id)双联毛细柱,内壁涂 HP-5(5 % 二苯基 + 95 % 二甲基聚硅酮),膜厚 0.25 μm。

色谱数据处理机或色谱工作站。

微量进样器:10 μL。

4.3.4 气相色谱条件

4.3.4.1 温度

柱温:200 °C;气化室:260 °C;检测室:260 °C。

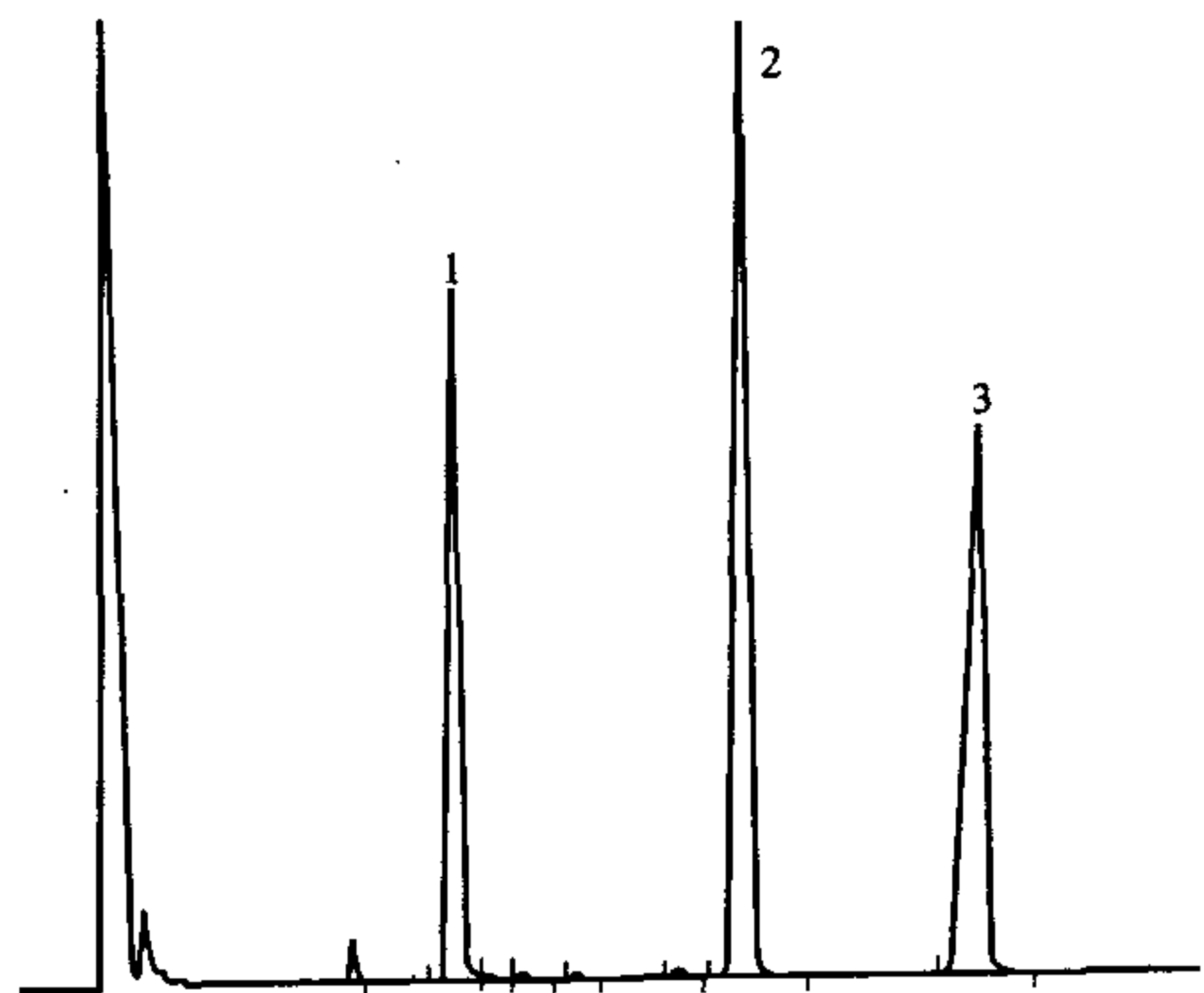
4.3.4.2 气体流量(mL/min)

载气(N₂)2.0;氢气 30;空气 300;补偿气(N₂)25;分流比:40:1。

4.3.4.3 保留时间(min)

莠去津约 4.2, 异丙草胺约 6.7, 内标物(三唑酮)约 8.8。

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。典型的异丙草胺·莠去津悬乳剂气相色谱图见图 1。



1——莠去津；
2——异丙草胺；
3——内标物(三唑酮)。

图 1 异丙草胺·莠去津悬乳剂气相色谱图

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液的配制

称取异丙草胺标样 0.05 g(精确至 0.000 2 g),称取莠去津标样 0.07 g(精确至 0.000 2 g),置于同一 10 mL 具塞玻璃瓶中,用移液管准确移入 5 mL 内标液,摇匀。

4.3.5.2 试样溶液的配制

称取约含异丙草胺 0.05 g 的试样(精确至 0.000 2 g),置于 10 mL 具塞玻璃瓶中,用与 4.3.5.1 中使用的同一支移液管准确移入 5 mL 内标液,摇匀。

4.3.5.3 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,计算各针异丙草胺(或莠去津)与内标物峰面积之比的重复性,待相邻两针异丙草胺(或莠去津)与内标物峰面积比的相对变化小于 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。

4.3.5.4 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异丙草胺(或莠去津)和内标物的峰面积比分别进行平均。试样中异丙草胺(或莠去津)的质量分数 w_1 (%)按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{r_2 m_1 w}{r_1 m_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- r_1 ——标样溶液中,异丙草胺(或莠去津)与内标物峰面积比的平均值;
- r_2 ——试样溶液中,异丙草胺(或莠去津)与内标物峰面积比的平均值;
- m_1 ——标样的质量,单位为克(g);
- m_2 ——试样的质量,单位为克(g);
- w ——标样中,异丙草胺(或莠去津)的质量分数,单位为百分数(%)。

4.3.6 允许差

两次平行测定结果之差,异丙草胺(或莠去津)应不大于 1.0 %。取其算术平均值作为测定结果。

4.4 异丙草胺(或莠去津)悬浮率的测定

按 GB/T 14825 进行。称取 1.5 g 试样(精确至 0.000 2 g)。

4.5 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.6 倾倒性试验

4.6.1 方法提要

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

4.6.2 仪器

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

4.6.3 试验步骤

混合好足量试样,及时将其中的一部分置于已经称量的量筒中(包括塞子),装到量筒的 8/10 处,塞紧磨口塞,放置确定的时间(24 h)。打开塞子,将量筒由直立位置旋转 135°角倾倒 60s,再倒置 60s,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。

4.6.4 计算

混合好足量试样倾倒后的残余物 $w_2(\%)$ 和洗涤后的残余物 $w_3(\%)$ 分别按式(2)和式(3)计算:

$$w_2 = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

$$w_3 = \frac{m_3 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- m_1 ——量筒、磨口塞和试样的质量,单位为克(g);
- m_2 ——倾倒后,量筒、磨口塞和残余物的质量,单位为克(g);
- m_3 ——洗涤后,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)。

4.7 细度试验

按 GB/T 16150 中的“湿筛法”进行。

4.8 持久起泡性试验

4.8.1 方法提要

将规定量的试样与标准硬水混合,静置后记录泡沫体积。

4.8.2 试剂和溶液

标准硬水: $\rho(\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}) = 342 \text{ mg/L}$, $\text{pH} = 6.0 \sim 7.0$ 。按 GB/T 14825 配制。

4.8.3 仪器和器具

具塞量筒:250 mL(分度值 2 mL,0 mL~250 mL 刻度线 20 cm ~21.5 cm,250 mL 刻度线到塞子底部 4 cm ~6 cm)。

工业天平:感量 0.1 g。

4.8.4 测定步骤

将量筒加标准硬水至 180 mL 刻度线处,置量筒于天平上,称入试样 1.0 g(精确至 0.1 g),加标准硬水至距离量筒底部 9 cm 的刻度线处,盖上塞,以量筒底部为中心,上下颠倒 30 次(每次 2s)。放在试验台上静置 1min,记录泡沫体积。

4.9 分散稳定性试验

4.9.1 方法提要

按规定浓度制备分散液,分别置于两刻度乳化管中,直立静置一段时间,再颠倒乳化管数次,观察最

初、放置一定时间和重新分散后该分散液的分散性。

4.9.2 仪器与试剂

乳化管：锥形底硼硅玻璃离心管，长 15 cm，刻度至 100 mL。

橡胶塞：与乳化管配套，带有 80 mm 长玻璃排气管（外径 4.5 mm，内径 2.5 mm，见图 2）。

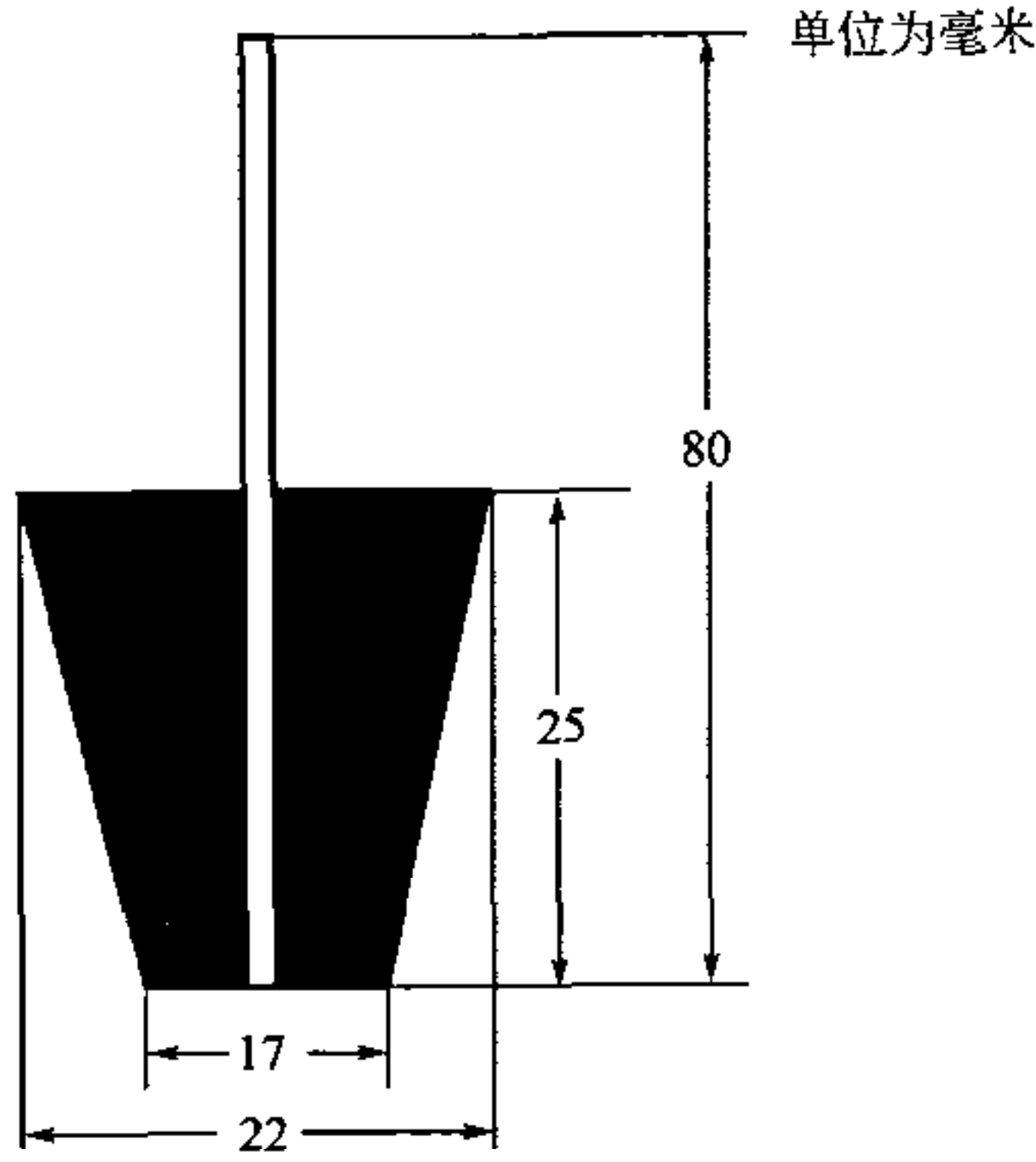


图 2 带有玻璃排气管的橡胶塞

可调节灯：配 60 W 珍珠泡。

标准硬水： $\rho(\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}) = 342 \text{ mg/L}$ ，按 GB/T 14825 配制。

4.9.3 操作步骤

在室温下 $[(23 \pm 2)^\circ\text{C}]$ ，分别向两个 250 mL 刻度量筒中加标准硬水至 240 mL 刻度线，用移液管向每个量筒中滴加试样 5 g，滴加时移液管尖端尽量贴近水面，但不要在水面之下，最后加标准硬水至刻度。配戴布手套，以量筒中部为轴心，上下颠倒 30 次，确保量筒中液体温和地流动，不发生反冲，每次颠倒需 2s（用秒表观察所用时间），用其中一个量筒做沉淀和乳膏试验，另一个量筒做再分散试验。

4.9.3.1 最初分散性

观察分散液，记录沉淀、乳膏或浮油。

4.9.3.2 放置一定时间后分散性

a) 沉淀体积的测定：分散液制备好后，立即将 100 mL 分散液转移至乳化管中，盖上塞子，在室温下 $[(23 \pm 2)^\circ\text{C}]$ 直立 30min，用灯照亮乳化管，调整光线角度和位置，达到对两相界面的最佳观察，如果有沉淀（通常反射光比投射光更易观察到沉淀），记录沉淀体积（精确至 $\pm 0.05 \text{ mL}$ ）。

b) 顶部乳膏（或浮油）体积的测定：分散液制备好后，立即将其倒入乳化管中，至离管顶端 1 mm，戴好保护手套，塞上带有排气管的橡胶塞，排除乳化管中的空气，去掉溢出的分散液，将乳化管倒置，在室温下保持 30min，没有液体从乳化管排出就不必密封玻璃管的开口端，记录已形成的乳膏或浮油的体积。测定乳化管总体积，并以式(4)校正测量出的乳膏或浮油的体积。

$$F = 100/V \dots\dots\dots (4)$$

式中：

F——测量乳膏或浮油的体积时的校正因子；

V——乳化管总体积。

4.9.3.3 重新分散性测定

分散液制备好后，将第二只量筒在室温下静置 24 h，按前述方法颠倒量筒 30 次，记录没有完全重新分散的沉淀，将分散液加到另外的乳化管中，静置 30min 后，按前述方法测定沉淀体积和乳膏或浮油的体积。

4.9.4 测定结果

最初分散性	沉淀:无 乳膏或浮油:无
一定时间后分散性(30min 后)	沉淀≤1.00 mL 乳膏或浮油≤0.05 mL
重新分散性(24 h 后)	沉淀≤1.2 mL 乳膏或浮油≤0.10 mL

测定结果符合上述要求为合格。

4.10 低温稳定性试验

GB/T 19137 进行。经轻微搅动,应无可见的粒子和油状物。

4.11 热贮稳定性测试

按 GB/T 19136 进行。异丙草胺、莠去津含量、悬浮率仍符合标准要求。

4.12 产品的检验与验收

应符合 GB/T 1604 的规定。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 异丙草胺·莠去津悬乳剂的标志、标签、包装,应符合 GB 4838 的规定。

5.2 本产品应用清洁具有内塞外盖的塑料瓶或聚酯瓶包装,外包装采用钙塑箱或纸箱,每瓶净重 500 g,每箱净含量不超过 12 kg。根据用户要求或订货协议,可以采用其他形式的包装,但需符合 GB 4838 的规定。

5.3 异丙草胺·莠去津悬乳剂包装件应贮存在通风、干燥的库房中。

5.4 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。

5.5 安全:异丙草胺·莠去津悬乳剂属低毒除草剂。可通过皮肤渗入,在使用时应带防护手套、口罩,穿干净防护服。使用后,应用肥皂和水洗净。万一发生中毒现象应急时请医生诊治。

5.6 保证期:在规定的贮运条件下,异丙草胺·莠去津悬乳剂的保证期,从生产日期算起为 2 年。