

ICS 65.100.20
G 25
备案号: 18221—2006

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3886—2006

苜嘧磺隆·二氯喹啉酸可湿性粉剂

Bensulfuron-metnly and quinclorac wettable powder



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/TC 133)归口。

本标准负责起草单位:农业部农药检定所。

本标准参加起草单位:美丰农化有限公司。

本标准主要起草人:赵永辉、段丽芳、季颖、吴进龙、周省金。

本标准委托全国农药标准化技术委员会秘书处负责解释。

苄嘧磺隆·二氯喹啉酸可湿性粉剂

该产品有效成分苄嘧磺隆和二氯喹啉酸的其他名称、结构式和基本理化参数如下。

a) 苄嘧磺隆

ISO 通用名称:bensulfuron-methyl

CIPAC 数字代号:502

化学名称:3-(4,6-二甲氧基嘧啶-2-基)-1-(2-甲氧基甲酰基苄基)磺酰脲
结构式:



实验式: $C_{16}H_{18}O_7N_2S$

相对分子质量:410.4(按 2001 年国际相对原子质量计)

生物活性:除草剂

熔点: $185^{\circ}\text{C} \sim 188^{\circ}\text{C}$

相对密度: 1.41 g/cm^3

蒸气压: $2.8 \times 10^{-9}\text{ mPa}(25^{\circ}\text{C})$

溶解度(20°C , g/L):二氯甲烷 11.7, 乙腈 5.38, 乙酸乙酯 1.66, 丙酮 1.38, 二甲苯 0.28; 25°C 在水中的溶解度(mg/L)随 pH 值变化而有所不同, pH5 为 2.9, pH6 为 12, pH7 为 120, pH8 为 1 200

稳定性:在乙酸乙酯、二氯甲烷、乙腈和丙酮中稳定,在微碱性(pH8)水溶液中稳定,在酸性水溶液中缓慢分解, pH5 时 DT_{50} 为 11 天, pH7 时 DT_{50} 为 143 天

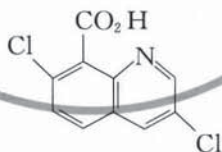
b) 二氯喹啉酸

ISO 通用名称:quinclorac

CIPAC 数字代号:439

化学名称:3,7-二氯喹啉-8-羧酸

结构式:



实验式: $C_{10}H_5Cl_2NO_2$

相对分子质量:242.1(按 2001 年国际相对原子质量计)

生物活性:除草剂

熔点: 274°C

相对密度: 1.75 g/cm^3

蒸汽压: $<0.001\text{ mPa}(20^{\circ}\text{C})$

溶解度(20°C):水 0.065 mg/kg(pH7), 丙酮 2 g/kg, 乙醇 2 g/kg, 几乎不溶于其他有机溶剂

稳定性:对光、热稳定,在 pH3~9 稳定

1 范围

本标准规定了苄嘧磺隆·二氯喹啉酸可湿性粉剂的要求、试验方法以及标志、标签、包装和贮运。

本标准适用于苄嘧磺隆和二氯喹啉酸原药,与适宜的填料和其他必要的助剂制成的苄嘧磺隆·二氯喹啉酸可湿性粉剂。

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 1250 极限数值的表示方法和判定方法
- GB/T 1600 农药水分测定方法
- GB/T 1601 农药 pH 值测定方法
- GB/T 1604 商品农药验收规则
- GB/T 1605 商品农药采样方法
- GB/T 5451 农药可湿性粉剂润湿性测定方法
- 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 3796 农药包装通则

3 要求

3.1 组成和外观:本品应由符合标准的苄嘧磺隆和二氯喹啉酸原药与适宜的助剂和填料加工制成,为均匀的疏松粉末,不应有团块。

3.2 苄嘧磺隆·二氯喹啉酸可湿性粉剂应符合表 1 要求。

表 1 苄嘧磺隆·二氯喹啉酸可湿性粉剂控制项目指标

项 目	指 标
苄嘧磺隆质量分数/%	标明值 ^{a±b} _c
二氯喹啉酸质量分数/%	标明值 ^{a±b} _c
苄嘧磺隆悬浮率/% 二氯喹啉酸悬浮率/%	≥ ≥ 70 70
pH 值范围	4.0~9.0
水分/%	≤ 3.0
润湿时间/s	≤ 90
细度(通过 45 μm 试验筛)/%	≥ 95
热贮稳定性 ^d	合格
^a 标明值应保留一位小数。 ^b 允许上偏差。当有效成分质量分数≤10%,允许上偏差为标称值的 10%;当有效成分质量分数为>10%、≤25%时,为标明值的 6%;当有效成分>25%、≤50%时,为标明值的 5%;并保留一位小数。 ^c 允许下偏差。允许下偏差为允许上偏差的一半,并保留一位小数。 ^d 在正常情况下,热贮稳定性试验至少每三个月检验一次。	

4 试验方法

4.1 抽样

按照 GB/T 1605“固体制剂采样”方法进行。用随机取样方法确定抽样的包装件,最终抽样量不应少于 300 g。

4.2 鉴别试验

高效液相色谱法——本鉴别试验可与有效成分含量测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中某两个色谱峰的保留时间分别与标样溶液中苄嘧磺隆、二氯喹啉酸的色谱峰的保留时间,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。

4.3 苄嘧磺隆·二氯喹啉酸质量分数的测定

4.3.1 方法提要

试样用甲醇+水+磷酸作流动相,使用 C_{18} 柱和紫外检测器,以外标法对试样中有效成分进行高效液相色谱分离和测定。

4.3.2 试剂和溶液

甲醇:优级纯。

乙腈:优级纯。

水:新蒸二次蒸馏水。

磷酸。

苄嘧磺隆标样:已知质量分数, $\geq 98.0\%$ 。

二氯喹啉酸标样:已知质量分数, $\geq 98.0\%$ 。

4.3.3 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。

色谱柱:250 mm $\times$ 4.6 mm(i. d.)不锈钢柱,内装 Waters Symmetry RP18(或其他同类色谱柱),5 μ m填充物。

微量进样器:50 μ L。

4.3.4 高效液相色谱操作条件

流动相:甲醇+水(磷酸调 pH=2.3)=70+30,经滤膜过滤,并进行脱气。

流动相流量:1.0 mL/min。

柱温:30 $^{\circ}$ C。

检测波长:250 nm。

进样体积:5 μ L。

保留时间:苄嘧磺隆约 5.9 min,二氯喹啉酸约 7.9 min。

上述操作参数是典型的,可根据不同仪器及色谱柱特点,对给定操作参数作适当调整,以期获得最佳效果。典型的苄嘧磺隆·二氯喹啉酸可湿性粉剂高效液相色谱图见图1。

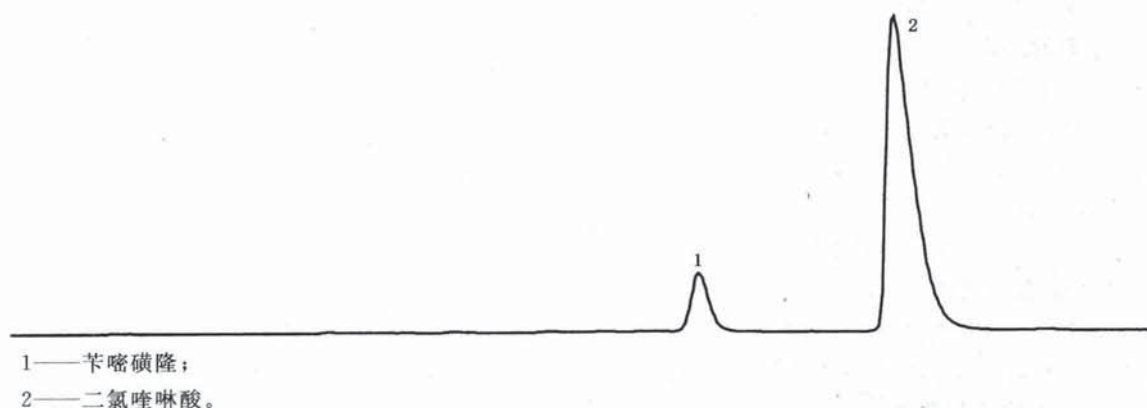


图1 苄嘧磺隆·二氯喹啉酸可湿性粉剂高效液相色谱图

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液配制

称取苄嘧磺隆标样 0.05 g(精确至 0.000 02 g),置于 50 mL 容量瓶中,用乙腈稀释至刻度,超声波振荡使其溶解,冷却至刻度,摇匀。

称取二氯喹啉酸标样 0.04 g(精确至 0.000 02 g),置于 100 mL 容量瓶中,准确移取 10 mL 上述苄嘧磺隆标样溶液于此容量瓶中,用乙腈稀释至刻度,充分超声,使之完全溶解,摇匀,冷却至室温备用。

4.3.5.2 试样溶液配制

称取含二氯喹啉酸 0.04 g 的试样(精确至 0.000 2 g)于 100 mL 容量瓶中,用乙腈稀释至刻度,超声振荡使试样充分溶解,冷却至刻度,摇匀,过滤。

4.3.5.3 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,待相邻两针的苄嘧磺隆(或二氯喹啉酸)响应值变化小于 1.5% 后,按标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进针。

4.3.6 计算

将测得的两针试样溶液以及试样溶液前后两针标样溶液中苄嘧磺隆(或二氯喹啉酸)峰面积分别进行平均。试样中以质量百分数表示的苄嘧磺隆(或二氯喹啉酸)的质量分数 w_1 ,按(1)计算:

$$w_1 = \frac{A_2 m_1 w}{A_1 m_2 r} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

A_1 ——标样溶液中,苄嘧磺隆(或二氯喹啉酸)峰面积的平均值;

A_2 ——试样溶液中,苄嘧磺隆(或二氯喹啉酸)峰面积的平均值;

m_1 ——苄嘧磺隆(或二氯喹啉酸)标样的质量,单位为克(g);

m_2 ——试样的质量,单位为克(g);

w ——标样中苄嘧磺隆(或二氯喹啉酸)的质量分数,单位为百分数(%);

r ——苄嘧磺隆(或二氯喹啉酸)标样稀释倍数,苄嘧磺隆 $r=5$,二氯喹啉酸 $r=1$ 。

4.3.7 允许差

两次平行测定结果相对偏差,二氯喹啉酸应不大于 2.5%,苄嘧磺隆应不大于 5.0%。

4.4 悬浮率的测定

按 GB/T 14825 中方法一进行。称样量为 1.0 g(精确至 0.000 2 g)。用 70 mL 乙腈将留在量桶底部的 1/10 悬浮液和残留物转移到 100 mL 容量瓶中,充分振荡,乙腈超声溶解,定容。按本标准 4.3 测定苄嘧磺隆和二氯喹啉酸含量,分别计算其悬浮率。

4.5 水分的测定

按 GB/T 1600 中“共沸蒸馏法”进行。

4.6 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.7 润湿时间的测定

按 GB/T 5451 进行。

4.8 细度的测定

按 GB/T 16150 中“湿筛法”进行。

4.9 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136 中“粉体制剂”的方法进行。于 24 h 内完成对有效成分含量和悬浮率的测定,有效成分含量和悬浮率的检测结果均符合标准要求。

4.10 产品的检验与验收

应符合 GB/T 1604 有关规定进行,极限数值的处理采用 GB/T 1250 修约值比较法。

5 标志、标签、包装、贮运

5.1 苄嘧磺隆·二氯喹啉酸可湿性粉剂的标志、标签和包装,应符合 GB 3796 的有关规定。

5.2 苄嘧磺隆·二氯喹啉酸可湿性粉剂用铝塑复合袋包装,每袋净容量为 50 g,外用纸箱作外包装,每箱净含量不超过 10 kg。根据用户要求或定货协议,可以采用其他形式的包装,但要符合 GB 3796 中的有关规定。

5.3 包装件应存放在通风、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:苄嘧磺隆·二氯喹啉酸可湿性粉剂是一种低毒除草剂,使用本品应带防护手套,穿干净的防护服,施药后应立即用肥皂和水洗净。误入眼睛要用水洗净,如经口摄入要催吐并送医院对症治疗。

5.6 保证期:在规定的贮运条件下,苄嘧磺隆·二氯喹啉酸可湿性粉剂的质量保证期,从生产日期算起为 2 年。

