

ICS 65.100.20
G 25
备案号: 65370—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5434—2018

炔草酯可湿性粉剂

Clodinafop-propargyl wettable powders

2018-10-22 发布

2019-04-01 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：杭州宇龙化工有限公司、合肥星宇化学有限责任公司、四川利尔作物科学有限公司、上海绿泽生物科技有限责任公司、江苏东宝农化股份有限公司。

本标准主要起草人：杨闻翰、张立、徐黎婷、王传品、湛爱武、荣玉凤、南艳、吕建伟。

炔草酯可湿性粉剂

1 范围

本标准规定了炔草酯可湿性粉剂的要求、试验方法、验收、质量保证期以及标志、标签、包装和贮运。

本标准适用于由炔草酯原药、安全剂解草酯、适宜的助剂和填料加工而成的炔草酯可湿性粉剂。

注：炔草酯及解草酯的其他名称、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—2001 农药水分测定方法

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 5451 农药可湿性粉剂润湿性测定方法

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 14825—2006 农药悬浮率测定方法

GB/T 16150—1995 农药粉剂、可湿性粉剂细度测定方法

GB/T 19136—2003 农药热贮稳定性测定方法

GB/T 28137 农药持久起泡性测定方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

炔草酯总酯 *clodinafop-propargyl mixture*

炔草酯与 (S)-对映体的总和。

4 要求

4.1 外观

均匀的疏松粉末，无可见的外来杂质和团块。

4.2 技术指标

炔草酯可湿性粉剂还应符合表 1 的要求。

表 1 炔草酯可湿性粉剂控制项目指标

项 目	指 标	
	15 %	20 %
炔草酯质量分数/%	15.0 ^{+0.9} _{-0.9}	20.0 ^{+1.2} _{-1.2}
解草酯质量分数/%	3.8 ^{+0.4} _{-0.4}	5.0 ^{+0.5} _{-0.5}
水分/%	≤ 3.0	
pH 范围	4.0~8.0	
炔草酯悬浮率/%	≥ 70	
解草酯悬浮率/%	≥ 70	
持久起泡性（1 min 后泡沫量）/mL	≤ 60	
湿筛试验（通过 75 μm 试验筛）/%	≥ 98	
润湿时间/s	≤ 90	
热贮稳定性 ^a	合格	
^a 正常生产时，热贮稳定性试验每 3 个月至少进行一次。		

5 试验方法

5.1 警示

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。

5.2 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 4.3.3 进行。

5.3 抽样

按 GB/T 1605—2001 中 5.3.3 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 300 g。

5.4 鉴别试验

液相色谱法——本鉴别试验可与炔草酯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炔草酯标样溶液中炔草酯的色谱峰的保留时间的相对差值应在 1.5 % 以内。

5.5 炔草酯质量分数、解草酯质量分数的测定

5.5.1 炔草酯总酯质量分数、解草酯质量分数的测定

5.5.1.1 方法提要

试样用乙腈溶解, 以乙腈+磷酸水溶液为流动相, 使用以 C₁₈ 为填料的不锈钢柱和紫外检测器,

在波长 280 nm 下对试样中的炔草酯总酯、解草酯进行反相高效液相色谱分离，以外标法定量。

5.5.1.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水：超纯水或新蒸二次蒸馏水。

磷酸。

炔草酯标样：已知炔草酯总酯质量分数， $w \geq 98.0\%$ 。

解草酯标样：已知解草酯质量分数， $w \geq 98.0\%$ 。

5.5.1.3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

色谱数据处理机或色谱工作站。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i. d.) 不锈钢柱，内装 5 μm C₁₈ 填充物（或具同等效果的色谱柱）。

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm 。

定量进样管：5 μL 。

超声波清洗器。

5.5.1.4 高效液相色谱操作条件

流动相： ϕ (乙腈：水)=60：40，水用磷酸调 pH 值至 3.0，经滤膜过滤，并进行脱气；

流速：1.0 mL/min；

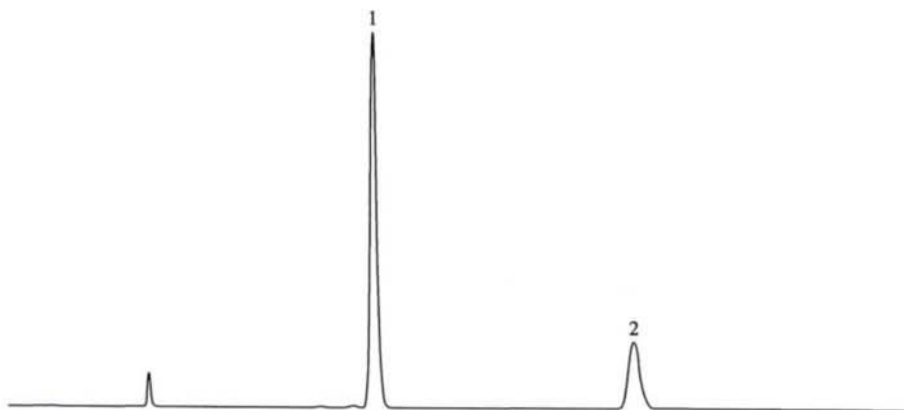
柱温：室温（温度变化应不大于 2 $^{\circ}\text{C}$ ）；

检测波长：280 nm；

进样体积：5 μL ；

保留时间：炔草酯总酯约 12.0 min，解草酯约 19.0 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做适当调整，以期获得最佳效果。典型的炔草酯可湿性粉剂的高效液相色谱图见图 1。



说明：

1——炔草酯总酯；

2——解草酯。

图 1 炔草酯可湿性粉剂的高效液相色谱图

5.5.1.5 测定步骤

5.5.1.5.1 标样溶液的制备

称取 0.06 g (精确至 0.000 1 g) 解草酯标样于 50 mL 容量瓶中, 加入乙腈, 超声波振荡至标样完全溶解, 冷却至室温, 用乙腈定容至刻度, 摇匀。

称取 0.05 g (精确至 0.000 1 g) 炔草酯标样于 100 mL 容量瓶中, 准确移取 10 mL 上述解草酯标样溶液于此容量瓶中, 再加入乙腈, 超声波振荡至标样完全溶解, 冷却至室温, 用乙腈定容至刻度, 摇匀。

5.5.1.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.05 g 炔草酯的炔草酯可湿性粉剂试样 (精确至 0.000 1 g) 于 100 mL 容量瓶中, 用乙腈定容至刻度, 超声波振荡 5 min, 摇匀, 过滤。

5.5.1.6 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, 直至相邻两针炔草酯总酯峰面积的相对变化小于 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。

5.5.1.7 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炔草酯总酯 (或解草酯) 峰面积分别进行平均。试样中炔草酯总酯 (或解草酯) 质量分数按公式 (1) 计算:

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

式中:

w_1 ——试样中炔草酯总酯 (或解草酯) 质量分数, 以 % 表示;

A_2 ——试样溶液中炔草酯总酯 (或解草酯) 峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量的数值, 单位为克 (g);

w ——标样中炔草酯总酯 (或解草酯) 质量分数, 以 % 表示;

A_1 ——标样溶液中炔草酯总酯 (或解草酯) 峰面积的平均值;

m_2 ——试样的质量的数值, 单位为克 (g);

r ——炔草酯 (或解草酯) 标样稀释倍数 (炔草酯 $r=1$, 解草酯 $r=5$)。

5.5.1.8 允许差

两次平行测定结果之差, 炔草酯总酯应不大于 0.4 %, 解草酯应不大于 0.2 %, 取其算术平均值作为测定结果。

5.5.2 炔草酯总酯中炔草酯比例的测定

5.5.2.1 方法提要

试样用正己烷溶解, 以正己烷+乙醇为流动相, 使用以 CHIRALPAK AY-H 为填料的不锈钢柱和紫外检测器 (波长 230 nm) 对试样中的炔草酯进行正相高效液相色谱手性分离和测定。

5.5.2.2 试剂和溶液

正己烷: 色谱纯。

乙醇：色谱纯。

炔草酯消旋体标样：已知质量分数， $w \geq 98.0\%$ 。

5.5.2.3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

色谱数据处理机或色谱工作站。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i. d.) 不锈钢柱，内装 5 μm CHIRALPAK AY-H 填充物（或具同等效果的色谱柱）。

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm 。

定量进样管：5 μL 。

超声波清洗器。

5.5.2.4 高效液相色谱操作条件

流动相： ϕ (正己烷：乙醇)=90：10；

流速：1.0 mL/min；

柱温：室温（温度变化应不大于 2 $^{\circ}\text{C}$ ）；

检测波长：230 nm；

进样体积：5 μL ；

保留时间：(S)-对映体约 9.0 min，炔草酯约 15.0 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做适当调整，以期获得最佳效果。典型的炔草酯消旋体标样和炔草酯可湿性粉剂的手性分离液相色谱图见图 2、图 3。

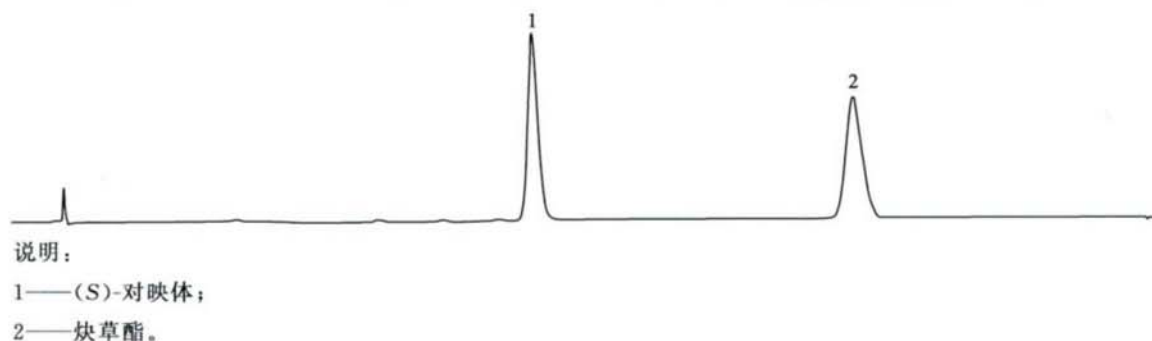


图 2 炔草酯消旋体标样的手性分离高效液相色谱图

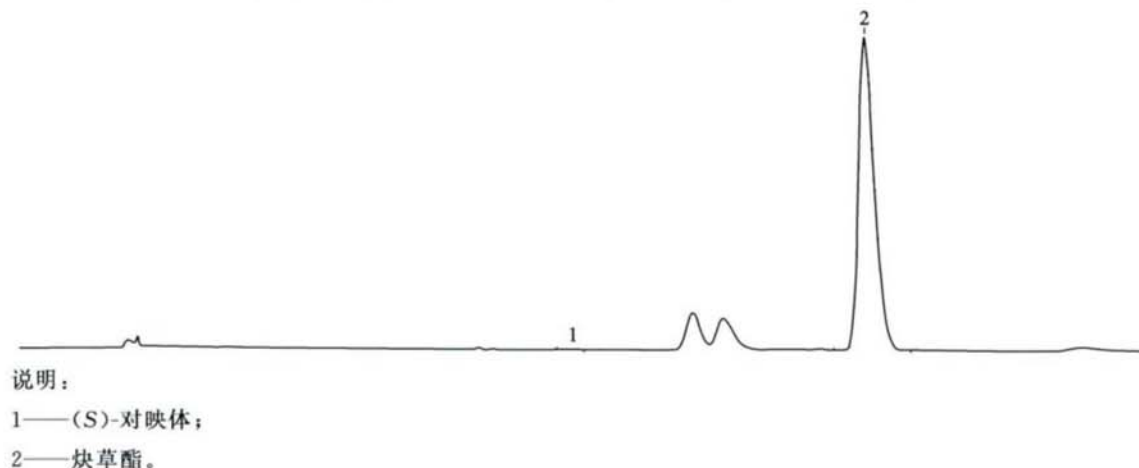


图 3 炔草酯可湿性粉剂的手性分离高效液相色谱图

5.5.2.5 测定步骤

5.5.2.5.1 标样溶液的制备

称取 0.05 g (精确至 0.000 1 g) 炔草酯消旋体标样, 置于 100 mL 容量瓶中, 用正己烷溶解并稀释至刻度, 摇匀。

5.5.2.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.05 g 炔草酯的炔草酯可湿性粉剂试样 (精确至 0.000 1 g), 置于 100 mL 容量瓶中, 用正己烷溶解并稀释至刻度, 超声波振荡 5 min, 摇匀, 过滤。

5.5.2.6 测定

在上述操作条件下, 待仪器稳定后, 连续注入数针炔草酯消旋体标样溶液, 直至相邻两针炔草酯与 (S)-对映体峰面积之比均在 0.95~1.05 之间时, 然后注入两针试样溶液。

5.5.2.7 计算

试样中炔草酯比例按公式 (2) 计算:

$$k = \frac{A_R}{A_R + A_S} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

k ——试样中炔草酯比例;

A_R ——两针试样溶液中炔草酯峰面积的平均值;

A_S ——两针试样溶液中 (S)-对映体峰面积的平均值。

5.5.3 炔草酯质量分数的计算

试样中炔草酯质量分数按公式 (3) 计算:

$$w_2 = w_1 k \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

w_2 ——试样中炔草酯质量分数, 以 % 表示;

w_1 ——试样中炔草酯总酯质量分数, 以 % 表示;

k ——试样中炔草酯比例。

5.6 水分的测定

按 GB/T 1600—2001 中 2.2 进行。

5.7 pH 范围的测定

按 GB/T 1601 进行。

5.8 悬浮率的测定

按 GB/T 14825—2006 中 4.1 进行。称取 1.0 g (精确至 0.000 1 g) 试样。将量筒内剩余的 1/10 悬浮液及沉淀物全部转移至 100 mL 容量瓶中, 用 60 mL 乙腈分 3 次将剩余物全部洗入 100 mL 容量瓶中, 超声波振荡 5 min。温度恢复至室温, 用乙腈定容, 摇匀。过滤后, 按 5.5 测定炔草酯的质量分数和解草酯的质量分数, 分别计算其悬浮率。

5.9 持久起泡性试验

按 GB/T 28137 进行。

5.10 湿筛试验

按 GB/T 16150—1995 中 2.2 进行。

5.11 润湿时间的测定

按 GB/T 5451 进行。

5.12 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136—2003 中 2.2 进行。热贮后炔草酯质量分数和解草酯质量分数应不低于贮前质量分数的 95 %，pH 范围、炔草酯悬浮率、解草酯悬浮率、湿筛试验和润湿时间仍符合标准要求。

6 验收和质量保证期

6.1 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

6.2 质量保证期

在规定的贮存条件下，炔草酯可湿性粉剂的质量保证期从生产日期算起为 2 年。质量保证期内，各项指标均应符合标准要求。

7 标志、标签、包装、贮运

7.1 标志、标签、包装

炔草酯可湿性粉剂的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定。

7.2 贮运

炔草酯可湿性粉剂包装件应贮存在通风、干燥的库房中。贮运时，严防潮湿、日晒和重压，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。

附录 A

(资料性附录)

炔草酯及解草酯的其他名称、结构式和基本物化参数

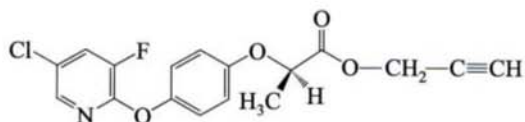
A.1 本产品有效成分炔草酯的其他名称、结构式和基本物化参数

ISO 通用名称: Clodinafop-propargyl

CAS 登录号: 105512-06-9

化学名称: (R)-2-[4-(5-氯-3-氟-2-吡啶氧基)苯氧基]丙酸炔丙酯

结构式:



实验式: $C_{17}H_{13}ClFNO_4$

相对分子质量: 349.7

生物活性: 除草

熔点: 59.5 °C

溶解度 (25 °C): 水中 4.0 mg/L (pH 7), 甲醇中 180 g/L, 丙酮中大于 500 g/L, 甲苯中大于 500 g/L, 正己烷中 7.5 g/L, 正辛醇中 21 g/L

稳定性: 在酸性介质中相对稳定, 在碱性介质中水解; DT_{50} (25 °C) 17.9 d (pH 4), 4.8 d (pH 7), 0.07 d (pH 9)

A.2 本产品中解草酯的其他名称、结构式和基本物化参数

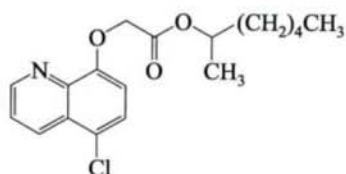
ISO 通用名称: Cloquintocet-mexyl

CAS 登录号: 99607-70-2

中文别名: 解毒啞、解草啞

化学名称: 1-甲基己基 (5-氯喹啉-8-基氧基) 乙酸酯

结构式:



实验式: $C_{18}H_{22}ClNO_3$

相对分子质量: 335.8

生物活性: 解毒

熔点: 69.4 °C

溶解度 (25 ℃): 水中 0.6 mg/L (pH 7), 乙醇中 190 g/L, 丙酮中 340 g/L, 甲苯中 360 g/L, 正己烷中 0.14 g/L, 正辛醇中 11 g/L

稳定性: DT_{50} (25 ℃) 134 d (pH 7)
