

ICS 65.100.20
G 25
备案号: 53291—2016

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4940—2016

双草醚原药

Bispyribac-sodium technical material

2016-01-15 发布

2016-07-01 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：江苏省激素研究所股份有限公司、合肥星宇化学有限责任公司、安徽久易农业股份有限公司、江苏省农用激素工程技术研究中心有限公司、衡水景美化学工业有限公司。

本标准主要起草人：邢红、侯春青、李东、周雪芳、方江升、段良菊、李有。

双草醚原药

1 范围

本标准规定了双草醚原药的要求，试验方法以及标志、标签、包装、贮运、安全和验收期。
本标准适用于由双草醚及其生产中产生的杂质组成的双草醚原药。
注：双草醚的其他名称、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 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 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 28136—2011 农药水不溶物测定方法

3 要求

3.1 外观

白色或类白色固体粉末。

3.2 技术指标

双草醚原药还应符合表 1 的要求。

表 1 双草醚原药控制项目指标

项 目	指 标
双草醚质量分数/%	≥ 95.0
水分/%	≤ 0.5
pH 值范围	7.0~10.0
水不溶物 ^a /%	≤ 0.3
^a 正常生产时，水不溶物每 3 个月至少测定一次。	

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

HG/T 4940—2016

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 规定的三级水。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 修约值比较法进行。

4.2 抽样

按 GB/T 1605—2001 中“商品原药采样”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 100 g。

4.3 鉴别试验

红外光谱法——试样与双草醚标样在 $4\,000\text{ cm}^{-1}\sim 400\text{ cm}^{-1}$ 范围的红外吸收光谱图应没有明显区别。双草醚标样的红外光谱图见图 1。

液相色谱法——本鉴别试验可与双草醚质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液中主色谱峰的保留时间与标样溶液中双草醚的色谱峰的保留时间的相对差值应在 1.5 % 以内。

离子色谱法——在相同的离子色谱条件下，试样溶液中某色谱峰的保留时间与标样溶液中钠离子的色谱峰的保留时间的相对差值应在 1.5 % 以内，分析方法参见附录 B。

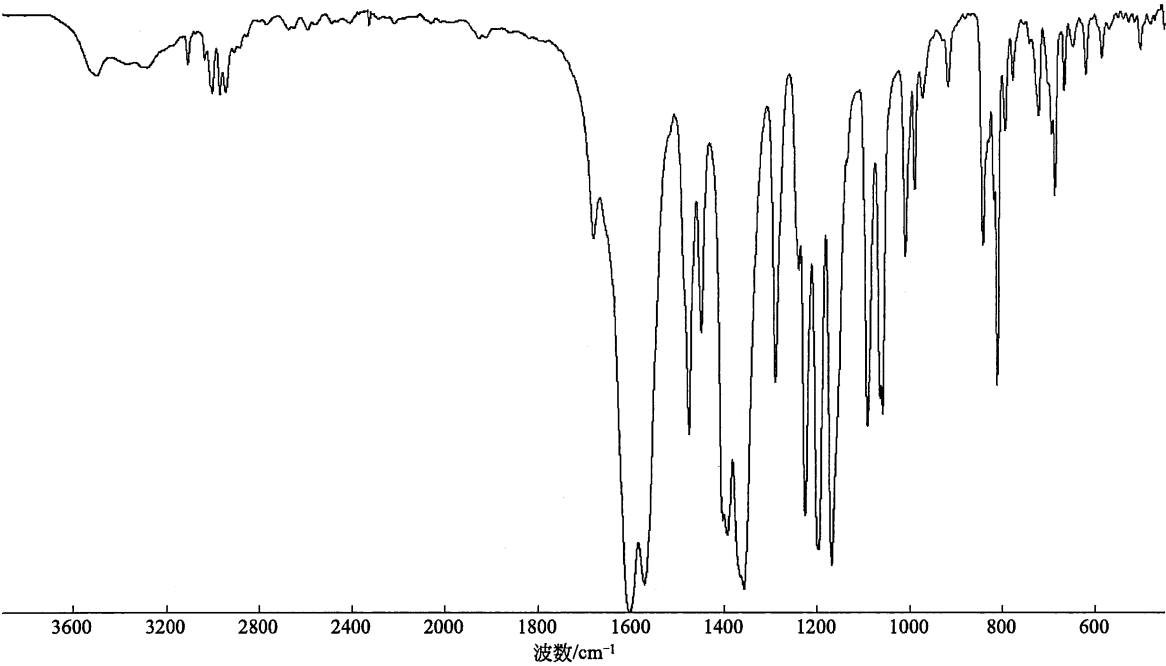


图 1 双草醚标样的红外光谱图

4.4 双草醚质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样用甲醇溶解。以甲醇+水（磷酸调 pH 值至 2.5）为流动相，使用以 C₁₈ 为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在 245 nm 波长下对试样中的双草醚进行反相高效液相色谱分离和测定，以外标法定量。

4.4.2 试剂和溶液

甲醇：色谱级。
水：新蒸二次蒸馏水。
磷酸。
双草醚标样：已知质量分数， $w \geq 99.0\%$ 。

4.4.3 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：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装 5 μm C₁₈ 填充物（或具有同等效果的色谱柱）。
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 [甲醇：水(磷酸调 pH 值至 2.5)]=65：35，经滤膜过滤，并进行脱气；
流速：1.0 mL/min；
柱温：室温（温差变化应不大于 2 $^{\circ}\text{C}$ ）；
检测波长：245 nm；
进样体积：5 μL ；
保留时间：双草醚约 7.4 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。
典型的双草醚原药的高效液相色谱图见图 2。



图 2 双草醚原药的高效液相色谱图

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的制备

称取 0.1 g（精确至 0.000 1 g）双草醚标样于 50 mL 容量瓶中，用甲醇定容至刻度，超声波振荡 5 min 使试样溶解。冷却至室温，摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 于 50 mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀。

HG/T 4940—2016

4.4.5.2 试样溶液的制备

称取含双草醚 0.1 g（精确至 0.000 1 g）的试样于 50 mL 容量瓶中，用甲醇定容至刻度，超声波振荡 5 min 使试样溶解。冷却至室温，摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 于 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，直至相邻两针双草醚峰面积相对变化小于 1.5 % 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。

4.4.5.4 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双草醚峰面积分别进行平均。
试样中双草醚质量分数按公式（1）计算：

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

式中：
w₁——试样中双草醚质量分数，以 % 表示；
A₂——试样溶液中双草醚峰面积的平均值；
m₁——标样的质量的数值，单位为克（g）；
w——标样中双草醚质量分数，以 % 表示；
A₁——标样溶液中双草醚峰面积的平均值；
m₂——试样的质量的数值，单位为克（g）。

4.4.6 允许差

双草醚质量分数两次平行测定结果之差应不大于 1.2 %，取其算术平均值作为测定结果。

4.5 水分的测定

按 GB/T 1600 中“卡尔·费休法”进行。

4.6 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.7 水不溶物的测定

称取样品 10 g，按 GB/T 28136—2011 中 3.2 进行。

4.8 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、安全和验收期

5.1 标志、标签和包装

双草醚原药的标志、标签和包装应符合 GB 3796 的规定。双草醚原药用衬塑编织袋或纸板桶装，每袋（桶）净含量一般为 20 kg、25 kg、50 kg。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

双草醚原药包装件应贮存在通风、干燥的库房中。贮运时不得与食物、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

本品属低毒除草剂。使用本品时要戴防护镜和胶皮手套，穿必要的防护衣物。施药后应用肥皂和清水冲洗。误服者应立即送医院对症治疗。

5.4 验收期

双草醚原药的验收期为 1 个月。从交货之日起，在 1 个月内完成产品的质量验收，其各项指标均应符合标准要求。

HG/T 4940—2016

附 录 A
(资料性附录)

双草醚的其他名称、结构式和基本物化参数

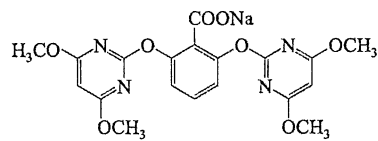
本产品有效成分双草醚的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

ISO 通用名称: bispyribac-sodium

CAS 登记号: 125401-92-5

化学名称: 2,6-双 [(4,6-二甲氧基嘧啶-2-基)氧] 苯甲酸钠

结构式:



实验式: $C_{19}H_{17}N_4NaO_8$

相对分子质量: 452.4

生物活性: 除草

熔点: 223 °C ~ 224 °C

溶解度 (25 °C): 水 68.7 g/L (20 °C, 蒸馏水), 甲醇 25 g/L (20 °C), 乙酸乙酯 6.1×10^{-2} mg/L, 正己烷 8.34×10^{-3} mg/L, 丙酮 1.4 mg/L, 甲苯 $< 1.0 \times 10^{-6}$ mg/L, 二氯甲烷 1.3 mg/L

稳定性: 223 °C 分解; 水解 $DT_{50} > 1$ y (pH 7~9, 25 °C), 88 d (pH 4, 25 °C)

附 录 B
(资料性附录)
钠离子的离子色谱法定性鉴定

B.1 方法提要

试样用水溶解。以甲基磺酸水溶液为流动相，使用阳离子分析柱和电导检测器的离子色谱仪对试样中的钠离子进行定性鉴定。

B.2 试剂和溶液

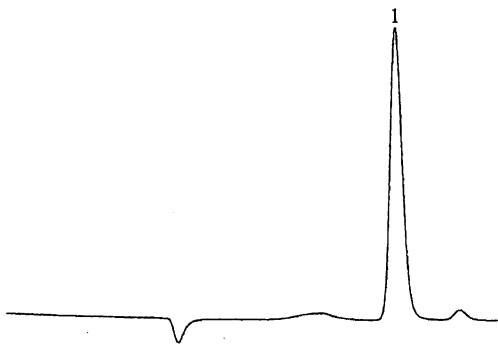
甲基磺酸。
水。
氯化钠标样：已知氯化钠质量分数， $w \geq 99.0\%$ 。

B.3 仪器

离子色谱仪：具有电导检测器。
色谱工作站。
色谱柱：250 mm×4.0 mm (i. d.) 阳离子分析柱。
过滤器：滤膜孔径约 0.22 μm。
超声波清洗器。

B.4 离子色谱分析条件

淋洗液：甲基磺酸水溶液， $c(\text{甲基磺酸}) = 16 \text{ mmol/L}$ ；
流量：1.0 mL/min；
柱温：30 ℃；
电导池温度：30 ℃；
进样体积：5 μL；
保留时间：钠离子约 6.5 min。
上述操作参数是典型的，可根据不同仪器进行调整，以期获得最佳效果。
双草醚原药中钠离子的阳离子色谱图见图 B.1。



说明：
1——钠离子。

图 B.1 双草醚原药中钠离子的阳离子色谱图

B.5 测定步骤

B.5.1 标样溶液的制备

称取 0.1 g 氯化钠标样（精确至 0.000 1 g），置于 100 mL 容量瓶中，用水溶解并稀释至刻度，摇匀。用移液管吸取上述溶液 1 mL 于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

B.5.2 试样溶液的制备

称取 0.8 g 试样（精确至 0.000 1 g），置于 100 mL 容量瓶中，用水溶解并稀释至刻度，摇匀。用移液管吸取上述溶液 1 mL 于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

B.5.3 钠离子的鉴别

在上述操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针氯化钠标样溶液，直至相邻两针钠离子保留时间相对变化小于 1.5 % 后，按照标样溶液、试样溶液的顺序进行测定。在相同的离子色谱条件下，试样溶液中某色谱峰的保留时间与标样溶液中钠离子的色谱峰的保留时间的相对差值在 1.5 % 以内，则确定试样中存在钠离子。