

ICS 65.100.20
G 25
备案号: 53293—2016

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4942—2016

双草醚悬浮剂

Bispyribac-sodium aqueous suspension concentrate

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：合肥星宇化学有限责任公司、江苏省农用激素工程技术研究中心有限公司、安徽丰乐农化有限责任公司、安徽久易农业股份有限公司、青岛瀚生生物科技股份有限公司、衡水景美化学工业有限公司、美丰农化有限公司。

本标准主要起草人：侯春青、邢红、李东、赵国霞、周雪芳、黄亮、段良菊、王传华、李有、戴色琴。

双草醚悬浮剂

1 范围

本标准规定了双草醚悬浮剂的要求，试验方法以及标志、标签、包装、贮运、安全和保证期。

本标准适用于由双草醚原药、助剂和填料加工而成的双草醚悬浮剂。

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 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 14825—2006 农药悬浮率测定方法

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

GB/T 28137 农药持久起泡性测定方法

3 要求

3.1 组成和外观

本品应由符合标准的双草醚原药与适宜的助剂制成。外观应是可流动的、易测量体积的悬浮液体，存放过程中可能出现沉淀，但经过摇动后应恢复原状，不应有结块。

3.2 技术指标

双草醚悬浮剂还应符合表 1 的要求。

表 1 双草醚悬浮剂控制项目指标

项 目		指 标			
		10 %	15 %	20 %	40 %
双草醚质量分数/%		10.0 \pm 1.0	15.0 \pm 1.0	20.0 \pm 1.2	40.0 \pm 2.0
pH 值范围		6.5~9.5			
悬浮率/%		≥90			
倾倒性	倾倒后残余物/%	≤5.0			
	洗涤后残余物/%	≤0.5			
湿筛试验(通过 75 μm 试验筛)/%		≥98			
持久起泡性(1 min 后泡沫量)/mL		≤30			
低温稳定性 ^a		合格			
热贮稳定性 ^a		合格			
^a 正常生产时，低温稳定性试验、热贮稳定性试验每 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“液体制剂采样”方法进行。用随机数表法确定抽样的包装件；最终抽样量应不少于 800 mL。

4.3 鉴别试验

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。
当用以上方法对有效成分鉴定有疑问时，可采用其他有效方法进行鉴别。

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

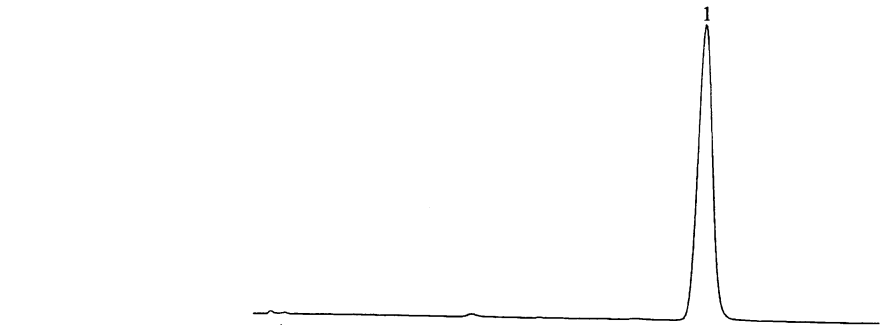
高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。
色谱数据处理机或色谱工作站。
色谱柱：150 mm × 4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装 5 μ m C₁₈ 填充物（或具有同等效果的色谱柱）。
过滤器：滤膜孔径约 0.45 μ m。
微量进样器：50 μ L。
定量进样管：5 μ L。
超声波清洗器。

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 $^{\circ}$ C）；
检测波长：245 nm；
进样体积：5 μ L；
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。

典型的双草醚悬浮剂的高效液相色谱图见图 1。



说明：
1——双草醚。

图 1 双草醚悬浮剂的高效液相色谱图

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。

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，加入 5 mL 水，振摇使试样

HG/T 4942—2016

分散成均匀的悬浊液，用甲醇定容至刻度，超声波振荡 5 min。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，过滤。

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：

- w_1 ——试样中双草醚质量分数，以 % 表示；
- A_2 ——试样溶液中双草醚峰面积的平均值；
- m_1 ——标样的质量的数值，单位为克 (g)；
- w ——标样中双草醚质量分数，以 % 表示；
- A_1 ——标样溶液中双草醚峰面积的平均值；
- m_2 ——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，10 %、15 %、20 % 悬浮剂应不大于 0.4 %，40 % 悬浮剂应不大于 0.7 %，取其算术平均值作为测定结果。

4.5 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.6 悬浮率的测定

按 GB/T 14825—2006 中 4.2 进行。称取含双草醚 0.1 g 的试样（精确至 0.000 1 g），将剩余的 1/10 悬浮液及沉淀物转移至 100 mL 容量瓶中，用 60 mL 甲醇分 3 次将剩余物全部洗入 100 mL 容量瓶中，超声波振荡 10 min。温度恢复至室温，用甲醇定容至刻度，摇匀。过滤后，按 4.4 测定双草醚的质量，计算其悬浮率。

4.7 倾倒性的测定

4.7.1 方法提要

将规定量的试样在标准量筒中放置固定时间，再按照一定要求测定倾倒后量筒中残余物的量和用水洗涤后量筒中残余物的量。

4.7.2 仪器

具标准磨口塞 (B34) 量筒：量筒高度 39 cm（量筒内底部至塞子底部），内径 5 cm，总容积的 80 % 处（靠近塞子）有刻度线。

电子天平：感量 0.1 g，载量 2 kg。

秒表。

4.7.3 测定步骤

4.7.3.1 倾倒后残余物的测定

称量具塞量筒质量（精确至 0.1 g）。加入样品至量筒总容积的 80 %刻度线处，盖上塞子，再称重（精确至 0.1 g）。室温下（具体温度可根据实际需要确定）静置 24 h 后，先将量筒由直立位置旋转 135°，倾倒 60 s，再倒置 60 s，重新称量具塞量筒的质量（精确至 0.1 g）。

样品的倾倒后残余物，按公式（2）计算：

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

式中：

- w₂——倾倒后残余物，以 % 表示；
- m₂——倾倒后残余物与具塞量筒的质量之和的数值，单位为克（g）；
- m₀——具塞量筒的质量的数值，单位为克（g）；
- m₁——样品与具塞量筒的质量之和的数值，单位为克（g）。

4.7.3.2 洗涤后残余物的测定

加入 20 ℃蒸馏水至量筒总容积的 80 %刻度线处，盖上塞子，颠倒量筒 10 次（颠倒量筒时，应保证每次以量筒中部为中心，使量筒从直立状态翻转 180°倒置再回到原来状态的时间大约在 2 s，操作应平稳均匀地完成），然后采用与倾倒时同样的方法把水倒出，再盖上盖子称重（精确至 0.1 g）。

样品的洗涤后残余物，按公式（3）计算：

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

式中：

- w₃——洗涤后残余物，以 % 表示；
- m₃——洗涤后残余物与具塞量筒的质量之和的数值，单位为克（g）；
- m₀——具塞量筒的质量的数值，单位为克（g）；
- m₁——样品与具塞量筒的质量之和的数值，单位为克（g）。

4.8 湿筛试验

按 GB/T 16150 中“湿筛法”进行。

4.9 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 进行。

4.10 低温稳定性试验

按 GB/T 19137 中“悬浮制剂”进行。湿筛试验仍符合标准要求为合格。

4.11 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136 中“其他制剂”进行。热贮后双草醚质量分数应不低于贮前的 95 %，悬浮率仍应符合标准要求为合格。

HG/T 4942—2016

4.12 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、安全和保证期

5.1 标志、标签和包装

双草醚悬浮剂的标志、标签和包装应符合 GB 3796 的规定。双草醚悬浮剂应用洁净、干燥的玻璃瓶或聚酯瓶包装，每瓶净含量一般为 10 g、50 g、100 g，外包装用瓦楞纸盒或钙塑箱，每箱净含量不超过 15 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

双草醚悬浮剂包装件应贮存在通风、干燥的库房中。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。

5.3 安全

本品属低毒性除草剂。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 保证期

在规定的贮运条件下，双草醚悬浮剂的保证期从生产日期起为 2 年。

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

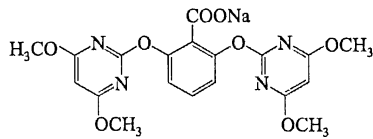
本产品有效成分双草醚的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

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)