

ICS 65. 100. 20

G 25

备案号: 60557~60558—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5245~5246—2017

敌草快母药和水剂 (2017)

2017-11-07 发布

2018-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布



目 录

HG/T 5245—2017	敌草快母药	(1)
HG/T 5246—2017	敌草快水剂	(23)

ICS 65.100.20
G 25
备案号: 60557—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5245—2017

敌草快母药

Diquat dibromide technical concentrate

2017-11-07 发布

2018-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

目 次

前言 III

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 要求 1

 3.1 外观 1

 3.2 技术指标 1

4 试验方法 2

 4.1 警示

 4.2 一般规定 2

 4.3 抽样 2

 4.4 鉴别试验 2

 4.5 敌草快二溴化物质量分数的测定 2

 4.6 2,2'-二联吡啶质量分数的测定 4

 4.7 1,2-二溴乙烷质量分数的测定 6

 4.8 总三联吡啶质量分数的测定 8

 4.9 pH 值的测定 11

5 验收 11

6 标志、标签、包装、贮运 11

 6.1 标志、标签、包装 11

 6.2 贮运 12

附录 A（资料性附录） 敌草快二溴化物及相关杂质的其他名称、结构式和基本物化参数 13

附录 B（资料性附录） 溴离子的离子色谱鉴别方法 15

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：浙江富农生物科技有限公司、德州绿霸精细化工有限公司。

本标准主要起草人：谷兵、王海霞、秦欣、张学忠、赵清华。

敌草快母药

1 范围

本标准规定了敌草快母药的要求、试验方法、验收以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由敌草快及其生产过程中产生的杂质组成的敌草快母药。

注：敌草快二溴化物、2,2'-二联吡啶、1,2-二溴乙烷和 2,2':6',2''-三联吡啶的名称、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

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 要求

3.1 外观

均相液体。

3.2 技术指标

敌草快母药还应符合表 1 的要求。

表 1 敌草快母药控制项目指标

项 目	指 标
敌草快二溴化物质量分数/%	40.0 ^{+2.0} _{-2.0}
2,2'-二联吡啶质量分数 ^a /%	≤ 0.075
1,2-二溴乙烷质量分数 ^a /%	≤ 0.001
总三联吡啶质量分数 ^a /(mg/kg)	≤ 1.0
pH 值范围	3.5~7.5
^a 正常生产时，2,2'-二联吡啶质量分数、1,2-二溴乙烷质量分数、总三联吡啶质量分数每 3 个月至少测定一次。	

4 试验方法

4.1 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。

4.2 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。

4.3 抽样

按 GB/T 1605—2001 中 5.3.2 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 mL。

4.4 鉴别试验

高效液相色谱法——本鉴别试验可与敌草快二溴化物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标样溶液中敌草快二溴化物的保留时间的相对差值应在 1.5 % 以内。

离子色谱法——在相同的色谱操作条件下，试样溶液中某色谱峰的保留时间与溴化钾标样溶液中溴离子色谱峰的保留时间的相对差值应在 1.5 % 以内。溴离子的离子色谱鉴别方法参见附录 B。

4.5 敌草快二溴化物质量分数的测定

4.5.1 方法提要

试样用水溶解。以庚烷磺酸钠缓冲溶液+乙腈为流动相，使用以 C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器（310 nm）对试样中的敌草快二溴化物进行反相高效液相色谱分离，以外标法定量。

4.5.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

庚烷磺酸钠。

水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

磷酸。

三乙胺。

敌草快二溴化物标样：已知敌草快二溴化物质量分数， $w \geq 97.0\%$ 。使用前先将标样放入烘箱中，在 105 °C 下烘至恒重。

4.5.3 仪器

高效液相色谱仪：具有紫外可变波长检测器。

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i. d.) 不锈钢柱，内装 5 μ m C_{18} 填充物。

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μ m。

定量进样管：5 μ L。

超声波清洗器。

4.5.4 高效液相色谱操作条件

流动相：称取 3.64 g 庚烷磺酸钠，溶于 900 mL 二次蒸馏水中，加入 16 mL 磷酸，用三乙胺调 pH 值至 2.1，再加入 100 mL 乙腈，混合均匀，经滤膜过滤，并进行脱气；

流速：1.0 mL/min；

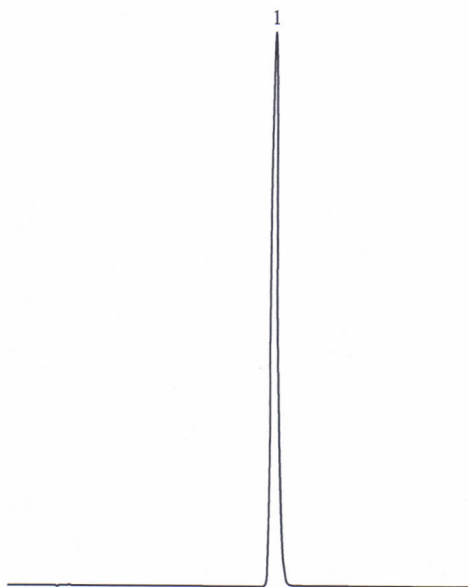
柱温：室温（温度变化不大于 2℃）；

检测波长：310 nm；

进样体积：5 μ L；

保留时间：敌草快二溴化物约 5.8 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。典型的敌草快母药的高效液相色谱图见图 1。



说明：

1——敌草快二溴化物。

图 1 敌草快母药的高效液相色谱图

4.5.5 测定步骤

4.5.5.1 标样溶液的制备

称取约 0.1 g 敌草快二溴化物标样（精确至 0.000 1 g），置于 50 mL 容量瓶中，加水振摇使之溶解，用水稀释至刻度，摇匀。用移液管移取 5 mL 上述溶液于另一 50 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

4.5.5.2 试样溶液的制备

称取含约 0.1 g 敌草快二溴化物的母药试样（精确至 0.000 1 g），置于 50 mL 容量瓶中，加水振摇使之溶解，用水稀释至刻度，摇匀。用移液管移取 5 mL 上述溶液于另一 50 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

4.5.5.3 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，直至相邻两针敌草快二溴化物峰面

积相对变化小于 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。

4.5.5.4 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敌草快二溴化物峰面积分别进行平均。试样中敌草快二溴化物质量分数,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 ——试样中敌草快二溴化物质量分数,以 % 表示;

A_2 ——试样溶液中敌草快二溴化物峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量的数值,单位为克(g);

w ——标样中敌草快二溴化物质量分数,以 % 表示;

A_1 ——标样溶液中敌草快二溴化物峰面积的平均值;

m_2 ——试样的质量的数值,单位为克(g)。

4.5.5.5 允许差

敌草快二溴化物质量分数两次平行测定结果之差应不大于 0.8 %,取其算术平均值作为测定结果。

4.6 2,2'-二联吡啶质量分数的测定

4.6.1 方法提要

试样用三氯甲烷萃取。以邻苯二甲酸二乙酯为内标物,使用 HP-5 毛细管柱和氢火焰离子化检测器对试样中的 2,2'-二联吡啶进行气相色谱分离和测定(本方法定量限为 50 mg/kg)。

4.6.2 试剂和溶液

三氯甲烷。

2,2'-二联吡啶标样:已知 2,2'-二联吡啶质量分数, $w \geq 98.0\%$ 。

内标物:邻苯二甲酸二乙酯。

内标溶液:称取 6.0 g 内标物至 500 mL 容量瓶中,加入三氯甲烷溶解,并稀释至刻度,摇匀。

NaOH 溶液: $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/L}$ 。

HCl 溶液: $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/L}$ 。

4.6.3 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 (i.d.) 毛细柱,内壁涂 HP-5 (5 %二苯基+95 %二甲基聚硅酮),膜厚 0.25 μm。

4.6.4 气相色谱操作条件

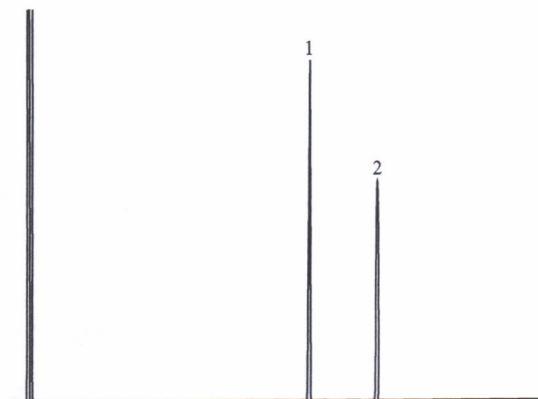
温度:柱温 100 °C (保持 3 min),以 10 °C/min 的速率升温至 250 °C,保持 2 min,气化温度 250 °C,检测温度 260 °C;

气体流速:载气 (N₂) 2.0 mL/min,氢气 (H₂) 40 mL/min,空气 300 mL/min;

进样体积:1 μL;

保留时间：2,2'-二联吡啶约 9.2 min，内标物约 11.0 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 2,2'-二联吡啶标样的气相色谱图及样品中 2,2'-二联吡啶测定的气相色谱图分别见图 2、图 3。

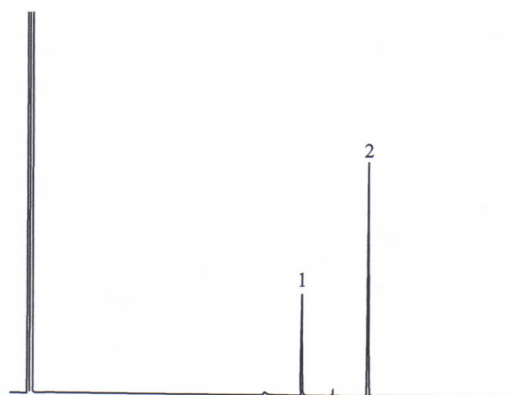


说明：

1——2,2'-二联吡啶；

2——邻苯二甲酸二乙酯。

图 2 2,2'-二联吡啶标样的气相色谱图



说明：

1——2,2'-二联吡啶；

2——邻苯二甲酸二乙酯。

图 3 样品中 2,2'-二联吡啶测定的气相色谱图

4.6.5 测定步骤

4.6.5.1 标样溶液的配制

称取约 0.02 g 2,2'-二联吡啶标样（精确至 0.000 1 g）于 100 mL 容量瓶中，用移液管移取 2 mL 内标溶液至该容量瓶中，用三氯甲烷稀释至刻度，摇匀。

4.6.5.2 试样溶液的配制

称取约 30 g 母药试样（精确至 0.1 g），用 NaOH 溶液或 HCl 溶液将 pH 值调至 7.5。用 70 mL 三氯甲烷分 3 次萃取（取下层清液）至 100 mL 容量瓶中，再用移液管移取 2 mL 内标溶液至该容量瓶中，用三氯甲烷稀释至刻度，摇匀。

4.6.5.3 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 2,2'-二联吡啶与内标物峰面积之比相对变化小于 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。

4.6.5.4 计算

试样中 2,2'-二联吡啶质量分数，按公式 (2) 计算：

$$w_2 = \frac{r_2 m_1 w}{r_1 m_2} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

w_2 ——试样中 2,2'-二联吡啶质量分数，以 % 表示；

r_2 ——试样溶液中 2,2'-二联吡啶与内标物峰面积之比的平均值；

m_1 ——标样的质量的数值，单位为克 (g)；

w ——标样中 2,2'-二联吡啶质量分数，以 % 表示；

r_1 ——标样溶液中 2,2'-二联吡啶与内标物峰面积之比的平均值；

m_2 ——试样的质量的数值，单位为克 (g)。

4.6.6 允许差

两次平行测定结果之相对差应不大于 30 %，取其算术平均值作为测定结果。

4.7 1,2-二溴乙烷质量分数的测定

4.7.1 方法提要

试样用三氯甲烷萃取。以正十二烷为内标物，使用 HP-5 毛细管柱和氢火焰离子化检测器对试样中 1,2-二溴乙烷进行气相色谱分离和测定（本方法定量限为 4 mg/kg）。

4.7.2 试剂和溶液

三氯甲烷。

1,2-二溴乙烷标样：已知 1,2-二溴乙烷质量分数， $w \geq 98.0\%$ 。

内标物：正十二烷。

内标溶液：称取 0.05 g 内标物至 250 mL 容量瓶中，加入三氯甲烷溶解，并用三氯甲烷稀释至刻度，摇匀。

4.7.3 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 (i.d.) 毛细柱，内壁涂 HP-5 (5 % 二苯基+95 % 二甲基聚硅酮)，膜厚 0.25 μm。

4.7.4 气相色谱操作条件

温度：柱温 60 °C (保持 2 min)，以 20 °C/min 的速率升温至 160 °C (保持 2 min)，以 35 °C/min 的速率升温至 280 °C，气化温度 280 °C，检测温度 280 °C；

气体流速：载气 (N₂) 2.0 mL/min，氢气 (H₂) 40 mL/min，空气 300 mL/min；

进样体积：1 μL ；

保留时间：1,2-二溴乙烷约 3.2 min，内标物约 6.7 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 1,2-二溴乙烷标样的气相色谱图及样品中 1,2-二溴乙烷测定的气相色谱图分别见图 4、图 5。

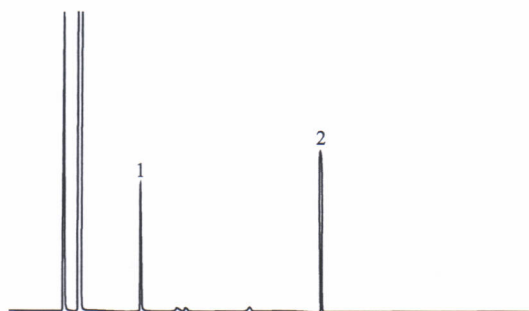


说明：

1——1,2-二溴乙烷；

2——正十二烷。

图 4 1,2-二溴乙烷标样的气相色谱图



说明：

1——1,2-二溴乙烷；

2——正十二烷。

图 5 样品中 1,2-二溴乙烷测定的气相色谱图

4.7.5 测定步骤

4.7.5.1 标样溶液的制备

称取约 0.05 g 1,2-二溴乙烷标样（精确至 0.000 1 g）于 250 mL 容量瓶中，用三氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀。用移液管移取 5 mL 上述溶液至 100 mL 容量瓶中，再用移液管移取 5 mL 内标溶液至该容量瓶中，用三氯甲烷稀释至刻度，摇匀。

4.7.5.2 试样溶液的制备

称取约 50 g 母药试样（精确至 0.1 g），置于分液漏斗中，用 70 mL 三氯甲烷分 3 次萃取，合并下层清液至 100 mL 容量瓶中，再用移液管移取 5 mL 内标溶液至该容量瓶中，用三氯甲烷稀释至刻度，摇匀。

4.7.5.3 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 1,2-二溴乙烷与内

标物峰面积之比相对变化小于 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。

4.7.6 计算

试样中 1,2-二溴乙烷质量分数，按公式 (3) 计算：

$$w_3 = \frac{r_2 m_1 w}{r_1 m_2 \times 50} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

w_3 ——试样中 1,2-二溴乙烷质量分数，以 % 表示；

r_2 ——试样溶液中 1,2-二溴乙烷与内标物峰面积之比的平均值；

m_1 ——标样的质量的数值，单位为克 (g)；

w ——标样中 1,2-二溴乙烷质量分数，以 % 表示；

r_1 ——标样溶液中 1,2-二溴乙烷与内标物峰面积之比的平均值；

m_2 ——试样的质量的数值，单位为克 (g)；

50——稀释因子。

4.7.7 允许差

两次平行测定结果之相对差应不大于 30 %，取其算术平均值作为测定结果。

4.8 总三联吡啶质量分数的测定

4.8.1 方法概要

将样品中的三联吡啶及其异构体用乙酸乙酯萃取，然后将萃取液通过固相萃取柱 (SPE) 滤除其他杂质，用高效液相色谱-串联四极杆质谱联用仪，采用多重反应监测模式 (MRM) 对样品中的总三联吡啶质量分数进行测定 (本方法定量限为 0.2 mg/kg)。

4.8.2 试剂

乙酸乙酯。

乙腈：色谱级。

二乙胺。

三氟乙酸。

2,2':6',2''-三联吡啶标样：已知 2,2':6',2''-三联吡啶质量分数， $w \geq 98.0\%$ 。

氢氧化钠溶液： $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/L}$ 。

氯化钠溶液：室温下饱和溶液 (约 6 mol/L)。

乙酸乙酯-三氟乙酸溶液：依次加入 100 mL 乙酸乙酯、5 mL 三氟乙酸至玻璃瓶中，混匀，备用。

乙腈-三氟乙酸溶液：将 70 mL 乙腈和 30 mL 水在玻璃瓶中混合，再加入 1 mL 三氟乙酸至该容量瓶中，混匀，备用。

乙腈-二乙胺溶液：将 70 mL 乙腈和 30 mL 水在玻璃瓶中混合，再加入 5 mL 二乙胺至该容量瓶中，混匀，备用 (此溶液需随用随配)。

流动相 A：在 1 000 mL 水中加入 2 mL 二乙胺，混匀，脱气，备用。

流动相 B：在 1 000 mL 乙腈中加入 2 mL 二乙胺，混匀，脱气，备用。

2,2':6',2''-三联吡啶标样溶液：称取约 0.012 g 2,2':6',2''-三联吡啶标样 (精确至 0.000 01 g) 于 25 mL 容量瓶中，用乙腈稀释至刻度，得标样母液 A。移取 1.0 mL 标样母液 A 至 10 mL 容量瓶中，

用乙腈稀释至刻度，得标样母液 B。再移取 0.5 mL 标样母液 B 至 50 mL 容量瓶中，用乙腈稀释至刻度，得标样溶液。

4.8.3 仪器

高效液相色谱-串联四极杆质谱联用仪。

色谱柱：150 mm × 4.6 mm (i. d.) 不锈钢柱，内装 5 μm C₈ 填充物。

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm。

实验室用离心机：转速不低于 2 500 r/min。

Oasis MCX 或等效的强阳离子固相萃取柱 (SPE)：载样量 60 mg；粒径 30 μm。

超声波清洗器。

4.8.4 操作条件

流动相：检测过程中对 A 溶液与 B 溶液比例进行梯度设定（具体设定内容见表 2）。

表 2 流动相设定条件

时间/min	%A	%B
0	35	65
3	35	65
3.5	0	100
7.5	0	100
7.6	35	65
12	35	65

流速：0.5 mL/min。

柱温：40 ℃。

进样体积：20 μL。

保留时间：2,2':6',2''-三联吡啶约 3.9 min，其他异构体因样品而定。

4.8.5 质谱条件

扫描方式：多重反应监测模式 (MRM)。

离子源：ESI (+)。

源温：130 ℃。

脱溶剂气温度：350 ℃。

锥孔电压：40 V。

碰撞气体：氩气。

碰撞能量：30 eV。

MRM 通道设定 (m/z)：234→78；234→130；234→155；234→207。其中 234 是母离子，78、130、155 和 207 为碎片离子。

4.8.6 实验步骤

步骤 1：称取 3.0 g 试样于离心管中，依次加入 0.1 mL 二乙胺和 2 mL 氢氧化钠溶液，再加入 10 mL 乙酸乙酯，盖紧盖子，翻转数次至混合均匀，静置 5 min，然后在离心机中以 2 500 r/min 的转

速离心 2 min 分层。

步骤 2：SPE 柱的预处理：按照 3 mL 乙腈→2 mL 水→3 mL 氯化钠溶液→3 mL 水→3 mL 乙腈的顺序依次淋洗每个 SPE 柱。备用 2 根经过预处理的 SPE 柱（以下简称柱 1、柱 2）。

步骤 3：准确移取 5 mL 离心分层后样品上层清液，将清液注入柱 1，再移取 2 mL 乙酸乙酯洗脱柱 1，收集所有洗脱液，向其中加入 0.75 mL 三氟乙酸进行酸化，得溶液 A 于试管中。再将溶液 A 注入柱 2，使其通过柱 2，用 2 mL 乙酸乙酯-三氟乙酸溶液冲洗该试管，之后将该洗涤液通过柱 2，再移取 2 mL 乙腈-三氟乙酸溶液淋洗柱 2，此时所有洗涤液不收集。最后，准确移取 2 mL 乙腈-二乙胺溶液于柱 2 中进行洗脱，收集该洗脱液 B，即为最终试样溶液。

4.8.7 三联吡啶异构体的确定

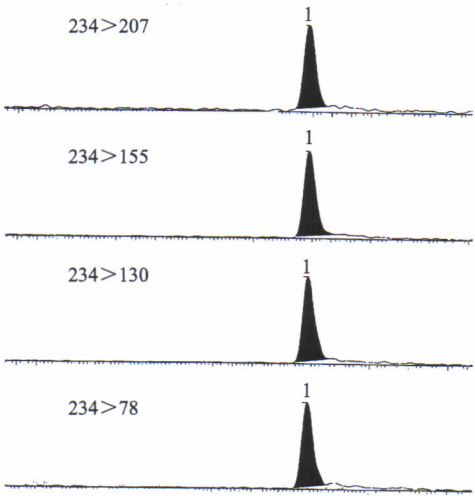
计算 MRM 响应值 R ：

$$R = \frac{As_{234>78} + As_{234>155}}{As_{234>207} + As_{234>130}} \dots\dots\dots (4)$$

式中：

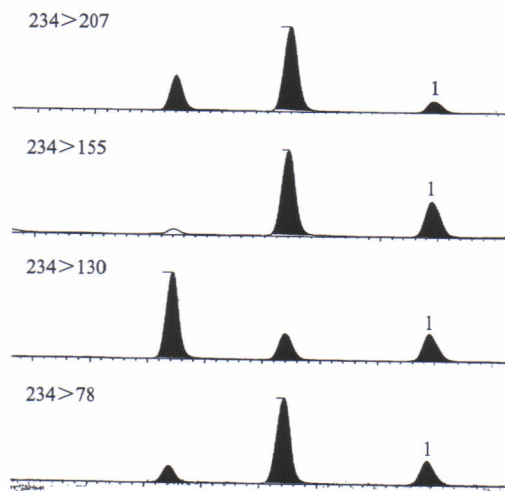
- $As_{234>78}$ ——234→78 m/z 通道的峰面积；
- $As_{234>155}$ ——234→155 m/z 通道的峰面积；
- $As_{234>207}$ ——234→207 m/z 通道的峰面积；
- $As_{234>130}$ ——234→130 m/z 通道的峰面积。

对于每个样品溶液在上述通道所检测出的峰，若计算所得 R 值在标样溶液 R 值的 0.5 倍至 1.5 倍范围内，则该峰是三联吡啶异构体，否则不是三联吡啶异构体。典型的 2,2':6',2''-三联吡啶标样及样品中总三联吡啶测定的离子流图分别见图 6、图 7。



说明：
1——2,2':6',2''-三联吡啶。

图 6 2,2':6',2''-三联吡啶标样的离子流图



说明:

1——2,2':6',2''-三联吡啶。

图7 样品中总三联吡啶测定的离子流图

4.8.8 计算

选取 $234 \rightarrow 155$ m/z 通道, 总三联吡啶质量分数按公式 (5) 计算:

$$w_4 = \frac{A_w [(m_1 \times 0.5) / (25 \times 10 \times 50)] \times w}{(m_2 / 10) (5/2) A_s} \times 10^4 = \frac{A_w m_1 w}{6250 m_2 A_s} \times 10^4 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

w_4 ——试样中总三联吡啶质量分数, 单位为毫克每千克 (mg/kg);

A_w ——试样溶液中三联吡啶各个异构体在 $234 \rightarrow 155$ m/z 通道的峰面积之和;

m_1 ——2,2':6',2''-三联吡啶标样的质量的数值, 单位为克 (g);

w ——标样中 2,2':6',2''-三联吡啶质量分数, 以 % 表示;

m_2 ——试样的质量的数值, 单位为克 (g);

A_s ——标样溶液中 2,2':6',2''-三联吡啶在 $234 \rightarrow 155$ m/z 通道的峰面积;

6250——转换系数。

4.9 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

5 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。敌草快母药验收期为 1 个月。从收货之日起 1 个月内完成产品质量验收, 其各项指标均应符合标准要求。

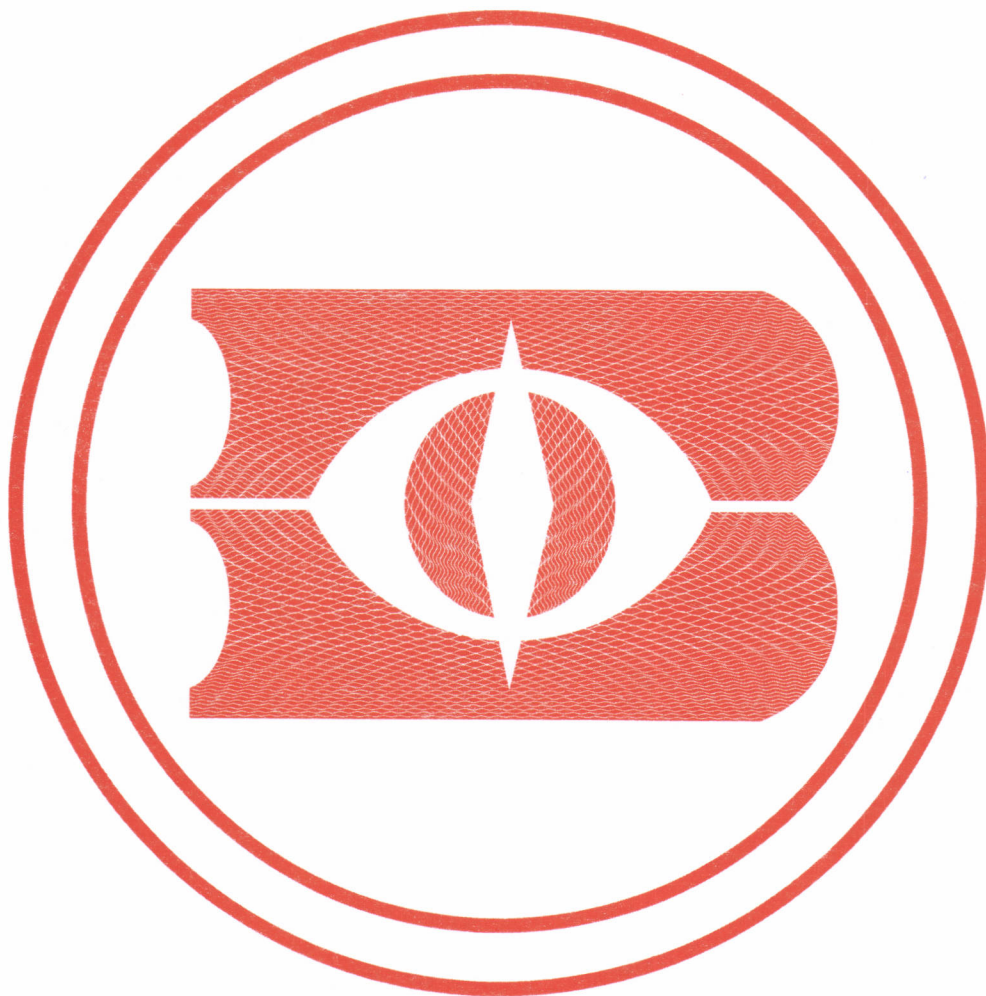
6 标志、标签、包装、贮运

6.1 标志、标签、包装

敌草快母药的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定。敌草快母药采用清洁的塑料桶或衬塑铁桶包装, 注意不能使其接触金属。每桶净含量 200 kg 或 200 L。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。

6.2 贮运

敌草快母药包装件应贮存在通风、干燥、低温的库房中。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。



附 录 A
(资料性附录)

敌草快二溴化物及相关杂质的其他名称、结构式和基本物化参数

A.1 本产品有效成分敌草快二溴化物的其他名称、结构式和基本物化参数

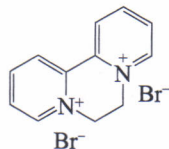
ISO 通用名称: Diquat dibromide

CAS 登记号: 85-00-7

CIPAC 数字代码: 55.303

化学名称: 1,1'-亚乙基-2,2'-联吡啶二溴盐

结构式:



分子式: $C_{12}H_{12}Br_2N_2$

相对分子质量: 344.5

生物活性: 除草

熔点: 320 °C

蒸气压 (25 °C): 0.01 MPa

溶解度 (20 °C): 水 700 g/L; 微溶于乙醇和羰基溶剂, 不溶于非极性有机溶剂

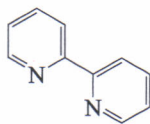
稳定性: 在酸性和中性溶液中稳定, 在碱性条件下不稳定

A.2 2,2'-二联吡啶的其他名称、结构式和基本物化参数

英文名称: 2,2'-Dipyridyl

CAS 登记号: 366-18-7

结构式:



分子式: $C_{10}H_8N_2$

相对分子质量: 156.19

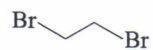
A.3 1,2-二溴乙烷的其他名称、结构式和基本物化参数

英文名称: 1,2-Dibromoethane

中文别名: 二溴乙烷

CAS 登记号: 106-93-4

结构式:



分子式： $C_2H_4Br_2$

相对分子质量：187.9

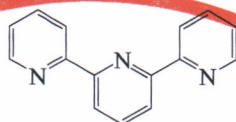
A.4 2,2':6',2''-三联吡啉的其他名称、结构式和基本物化参数

英文名称：2,2':6',2''-Terpyridine

中文别名： α, α, α -三联吡啉

CAS 登记号：1148-79-4

结构式：



分子式： $C_{15}H_{11}N_3$

相对分子质量：233.3

附录 B

(资料性附录)

溴离子的离子色谱鉴别方法

B.1 方法提要

试样用水溶解。以 KOH 溶液为流动相,使用阴离子分析柱和具有电导检测器的离子色谱仪对试样中的溴离子进行分离和鉴别。

B.2 试剂和溶液

水:超纯水。

氢氧化钾。

溴化钾标样:已知溴化钾质量分数, $w \geq 99.0\%$ 。

B.3 仪器

离子色谱仪:具电导检测器。

色谱柱:250 mm×4.0 mm (i.d.), Dionex IonPac AS11-HC Analytical。

过滤器:滤膜孔径约 0.22 μm 。

超声波清洗器。

B.4 离子色谱操作条件

流动相:KOH 溶液 [$c(\text{KOH})=30\text{ mmol/L}$];

流速:1.0 mL/min;

柱温:20 $^{\circ}\text{C}$;

电导池温度:35 $^{\circ}\text{C}$;

进样体积:10 μL ;

抑制器电流:75 mA;

保留时间:溴离子约 7.5 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。典型的样品中溴离子的离子色谱图见图 B.1。

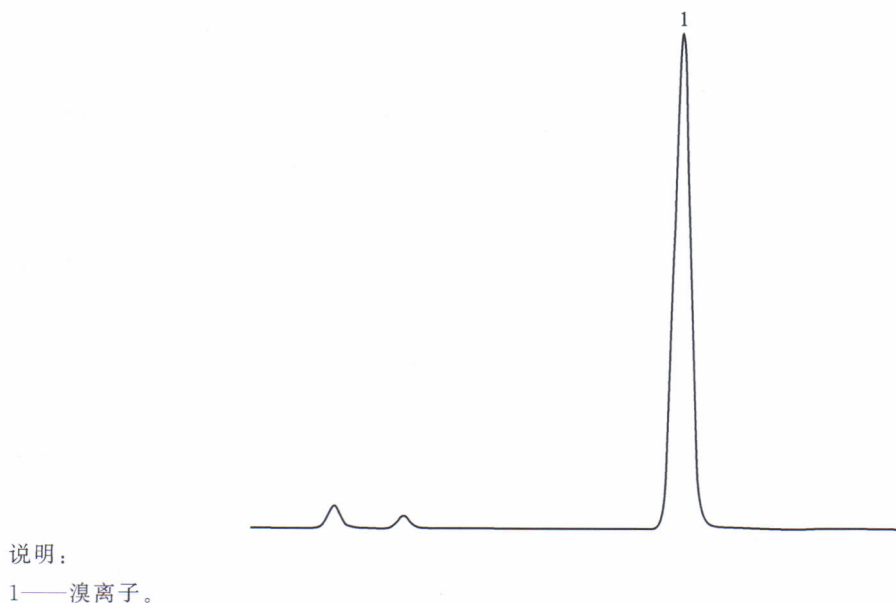


图 B. 1 样品中溴离子的离子色谱图

B. 5 鉴别步骤

B. 5. 1 标样溶液的配制

称取 0.1 g 溴化钾标样（精确至 0.000 1 g）于 50 mL 容量瓶中，用水溶解并稀释至刻度，摇匀。用移液器取 1 mL 上述溶液于 50 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 0.3 g 母药试样（精确至 0.000 1 g）于 50 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。用移液器取 1 mL 上述溶液于 50 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

B. 5. 3 鉴别

在上述操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针溴化钾标样溶液，直至相邻两针溴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，试样溶液中溴离子色谱峰的保留时间与标样溶液中溴离子色谱峰的保留时间的相对差值应在 1.5 % 以内。

中华人民共和国
化工行业标准
敌草快母药和水剂
(2017)

HG/T 5245~5246—2017

出版发行：化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

北京科印技术咨询服务公司海淀数码印刷分部

880mm×1230mm 1/16 印张3¼ 字数79.4千字

2018年3月北京第1版第1次印刷

书号：155025·2410

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

定价：50.00元

版权所有 违者必究