

ICS 65. 100. 20  
G 25  
备案号：56357—2016

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5123—2016

---

### 敌草隆水分散粒剂

Diuron water dispersible granules

2016-10-22 发布

2017-04-01 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

4 试验方法 ..... 2

5 标志、标签、包装、贮运、安全和保证期 ..... 9

附录 A（资料性附录） 敌草隆的其他名称、结构式和基本物化参数 ..... 10

## 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：宁夏新安科技有限公司。

本标准主要起草人：张丕龙、赵清华、夏强军、张世梅、刘慧敏。

## 敌草隆水分散粒剂

### 1 范围

本标准规定了敌草隆水分散粒剂的要求，试验方法以及标志、标签、包装、贮运、安全和保证期。

本标准适用于由敌草隆原药、载体和助剂加工而成的敌草隆水分散粒剂。

注：敌草隆的其他名称、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 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 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 28137 农药持久起泡性测定方法

GB/T 30360 颗粒状农药粉尘测定方法

### 3 要求

#### 3.1 组成和外观

本品应由符合标准的敌草隆原药与填料和必要的助剂等制成，应是干燥的、能自由流动的颗粒，基本无粉尘，无可见的外来杂质和硬块。

#### 3.2 技术指标

敌草隆水分散粒剂还应符合表 1 的要求。

表 1 敌草隆水分散粒剂控制项目指标

项          目	指          标	
敌草隆质量分数/%	90.0 <sup>+2.5</sup> <sub>-2.5</sub>	80.0 <sup>+2.5</sup> <sub>-2.5</sub>
pH 值范围	6.0～9.0	
润湿时间/s	≤	30
湿筛试验(通过 75 μm 试验筛)/%	≥	98
悬浮率/%	≥	75
分散性/%	≥	80
持久起泡性(1 min 后泡沫量)/mL	≤	50
粉尘 <sup>a</sup>	合格	
耐磨性 <sup>a</sup>	≥	98
热贮稳定性 <sup>a</sup>	合格	
流动性 <sup>a</sup>	合格	
<sup>a</sup> 正常生产时,粉尘、耐磨性、热贮稳定性、流动性每 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“固体制剂采样”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 600 g。

4.3 鉴别试验

液相色谱法——本鉴别试验可与敌草隆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敌草隆的色谱峰的保留时间的相对差值应在 1.5 % 以内。

4.4 敌草隆质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以 C<sub>18</sub> 为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长 254 nm 下对试样中的敌草隆进行反相高效液相色谱分离，以外标法定量。

4.4.2 试剂和溶液

- 甲醇：色谱级；
- 水：超纯水或新蒸二次蒸馏水；

敌草隆标样：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  $\mu\text{m}$  C<sub>18</sub> 填充物（或具有同等效果的色谱柱）；

过滤器：滤膜孔径约 0.45  $\mu\text{m}$ ；

微量进样器：50  $\mu\text{L}$ ；

定量进样管：5  $\mu\text{L}$ ；

超声波清洗器。

#### 4.4.4 高效液相色谱操作条件

流动相： $\phi$ (甲醇：水)=55：45，经滤膜过滤，并进行脱气；

流速：1.0 mL/min；

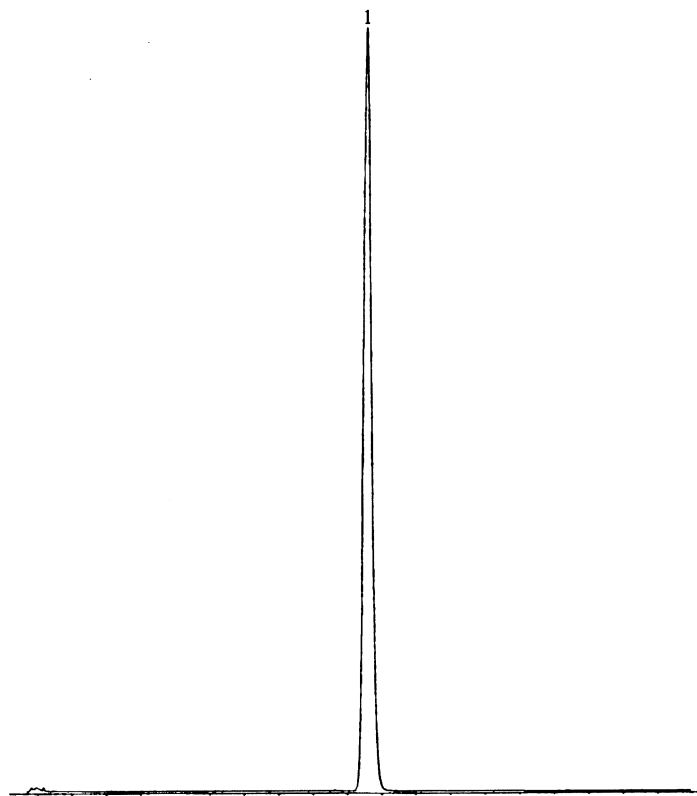
柱温：室温（温差变化应不大于 2  $^{\circ}\text{C}$ ）；

检测波长：254 nm；

进样体积：5  $\mu\text{L}$ ；

保留时间：敌草隆约 11.4 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。  
典型的敌草隆水分散粒剂高效液相色谱图见图 1。



说明：

1 — 敌草隆。

图 1 敌草隆水分散粒剂高效液相色谱图

## HG/T 5123—2016

## 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) 敌草隆标样于 50 mL 容量瓶中, 用甲醇定容至刻度, 超声波振荡 5 min 使标样溶解, 冷却至室温, 摇匀。用移液管移取 5 mL 上述溶液于 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 0.1 g 敌草隆的试样 (精确至 0.000 1 g) 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 5 mL 上述溶液于 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, 直至相邻两针敌草隆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。

## 4.4.5.4 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敌草隆峰面积分别进行平均。试样中敌草隆质量分数按公式 (1) 计算:

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

式中:

$w_1$  —— 试样中敌草隆质量分数, 以 % 表示;

$w$  —— 标样中敌草隆质量分数, 以 % 表示;

$A_2$  —— 两针试样溶液中敌草隆峰面积的平均值;

$A_1$  —— 两针标样溶液中敌草隆峰面积的平均值;

$m_1$  —— 标样的质量的数值, 单位为克 (g);

$m_2$  —— 试样的质量的数值, 单位为克 (g)。

## 4.4.6 允许差

敌草隆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 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

## 4.6 润湿时间的测定

按 GB/T 5451 进行。

## 4.7 湿筛试验的测定

按 GB/T 16150 中“湿筛法”进行。

## 4.8 悬浮率的测定

称取 0.8 g 试样 (精确至 0.000 1 g), 按 GB/T 14825—2006 中 4.1 进行。将剩余的 1/10 的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 5 min 至溶解。恢复至室温，定容，摇匀。再用移液管移取 10 mL 上述溶液至 50 mL 容量瓶中，用甲醇定容，摇匀。过滤后，按 4.4 测定剩余的 1/10 的悬浮液及沉淀物中的敌草隆质量分数，计算其悬浮率。

4.9 分散性的测定

4.9.1 方法提要

将一定量的水分散粒剂加入规定硬度的标准硬水中，搅拌混合，制成悬浮液，静置一段时间后，抽除顶部 9/10 的悬浮液，将底部 1/10 的悬浮液和沉淀烘干，用重量法进行测定。

4.9.2 试剂和仪器

- 标准硬水： $\rho(\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}) = 342 \text{ mg/L}$ ， $\text{pH} = 6.0 \sim 7.0$ ，按 GB/T 14825—2006 配制；
- 烧杯：1 000 mL，内径为  $102 \text{ mm} \pm 2 \text{ mm}$ ；
- 电动搅拌机：可控制速度  $0 \text{ r/min} \sim 1\,000 \text{ r/min}$ ；
- 不锈钢搅拌棒：带有 4 个固定搅拌叶片的螺旋桨式搅拌棒，叶片之间角度为  $45^\circ$ ，如图 2 所示；
- 旋转真空蒸发器；
- 秒表。

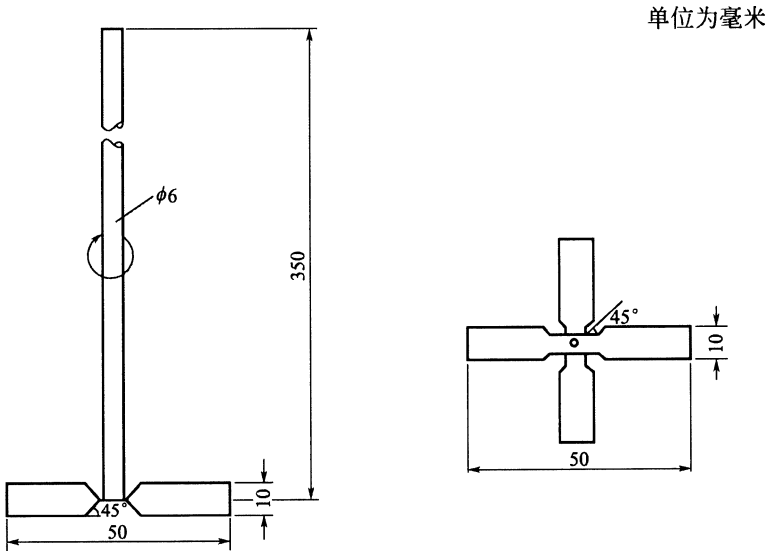


图 2 不锈钢搅拌棒

4.9.3 测定步骤

在  $20^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$  下，于烧杯中加入 900 mL 标准硬水，将搅拌棒固定在烧杯中央，搅拌棒叶片距烧杯底部 15 mm，搅拌棒叶片间距和旋转方向能保证搅拌棒推动液体向上翻腾，以  $300 \text{ r/min}$  的搅拌速率开启搅拌器，将 9 g（精确至 0.1 g）水分散粒剂样品加入搅拌的水中，持续搅拌 1 min。关闭搅拌，让悬浮液静置 1 min。抽出 9/10 的悬浮液（810 mL），并保持玻璃细管的尖端始终在液面下，而且尽量不搅动悬浮液，整个操作应在 30 s~60 s 内完成。用旋转真空蒸发器蒸掉 90 mL 剩余悬浮液中的水分，在  $60^\circ\text{C} \sim 70^\circ\text{C}$  下干燥至恒重，称量（精确至 0.1 g）。

4.9.4 计算

试样的分散性按公式（2）计算：



$$w_2 = \frac{10(m - m_1)}{9m} \times 100 \%$$

..... (2)

式中：

$w_2$  ——试样的分散性；

$m$  ——试样的质量的数值，单位为克（g）；

$m_1$  ——干燥后剩余物的质量的数值，单位为克（g）。

4.10 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 进行。

4.11 粉尘的测定

按 GB/T 30360 进行。基本无粉尘为合格。

4.12 耐磨性的测定

4.12.1 方法提要

首先将样品过 125  $\mu\text{m}$  标准筛，将已知质量的筛好样品放入玻璃瓶中，放置在转动装置上。转动一定时间后，将瓶中样品再次过 125  $\mu\text{m}$  标准筛，称量留在筛上的样品的质量。

4.12.2 仪器

- 带有至少两个转动轮的转动装置（见图 3）；
- 小型振筛机：托盘直径或边长小于 20 cm，旋涡式振动，运动距离 4.5 mm，频率 300 r/min～500 r/min；
- 试验筛：125  $\mu\text{m}$ ，带盖和接收盘；
- 玻璃瓶：500 mL，带盖，外口径 8.0 cm，高约 15 cm；
- 表面皿；
- 软刷；
- 带橡胶头玻璃棒；
- 秒表。

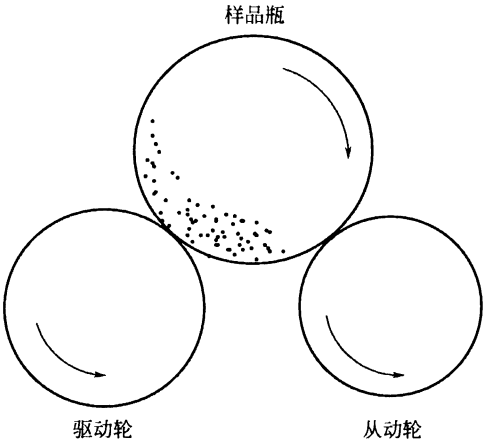


图 3 样品瓶和转轮系统（侧视图）

### 4.12.3 测定步骤

首先将样品在其包装物内前后 180° 翻转 5 次以混匀，称取约 60 g 试样（要保证筛后试验用样品量不少于 50 g），转移到 125 μm 试验筛上，在振筛机上振动 3 min。

称取 50.0 g（精确到 0.1 g）筛选后的试样，放入玻璃瓶中，封好瓶口，将其水平放在转轴上（见图 3），转速为 75 r/min~125 r/min，转动 4 500 转。

把 125 μm 试验筛放到接收盘上，将玻璃瓶里的试样转移到 125 μm 试验筛上，同时用刷子或（和）玻璃棒除去留在玻璃盖和玻璃瓶表面的试样，一起置于 125 μm 试验筛上，盖好筛子，放在振筛机上，振动 3 min 后，将筛子上的物质转移到已预先称量（精确到 0.1 g）的表面皿上，轻敲筛子边框 5 次，刷筛子下表面，丢弃该部分，然后刷上表面，反转筛子，将刷下来的样品合并至表面皿上，称量（精确到 0.1 g）。

### 4.12.4 计算

试样的耐磨性按公式（3）计算：

$$w_3 = \frac{m_2}{m_1} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

$w_3$ ——试样的耐磨性；

$m_2$ ——留在试验筛上试样的质量的数值，单位为克（g）；

$m_1$ ——试样的质量的数值，单位为克（g）。

### 4.13 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136 中“粉体制剂”进行。热贮后，敌草隆质量分数应不低于贮前的 95 %，悬浮率仍符合本标准要求为合格。

### 4.14 流动性试验

#### 4.14.1 方法提要

将适量的试样加压放置，于 54℃ 贮存 14 d 后，自然冷却至室温，在没有任何机械干扰的情况下使测试样品自动通过试验筛，收集试验筛上物并称量。

#### 4.14.2 仪器

恒温烘箱：54℃ ± 2℃（相对湿度小于 30 %）；

干燥器；

电子天平：感量 0.1 g，载量 2 kg；

烧杯：100 mL，内径 5.0 cm~5.5 cm；

圆盘：直径大小应与烧杯配套，并恰好产生 2.45 kPa 的平均压力；

烧杯盖：能将烧杯完全盖住；

试验筛：孔径 5 000 μm，并具配套的接收盘和盖子；

铁架台：配有金属棒及双顶丝；

硬橡胶片：规格 20 cm × 20 cm，具有 30~40 橡胶硬度；

玻璃皿：已知质量；

刷子：2.5 cm 软平刷。

4.14.3 测定步骤

4.14.3.1 样品的制备

将 50 g（精确至 0.1 g）试样放入烧杯中，按 GB/T 19136 中“粉体制剂”进行。贮存后，将样品置于干燥器中，冷却至室温，备用。

4.14.3.2 流动性的测定

按图 4 所示安装好试验筛。将装有待测样品的烧杯加盖后，将烧杯倒置，小心地将试样转移到试验筛上。如果试样自动地通过试验筛，则记录下完全通过，流动性为 100 %。如果试验筛上还残留试样，则将试验装置抬高 1 cm，然后放开实验装置，如此重复 20 次，称量第 20 次试验筛上的试样的质量。

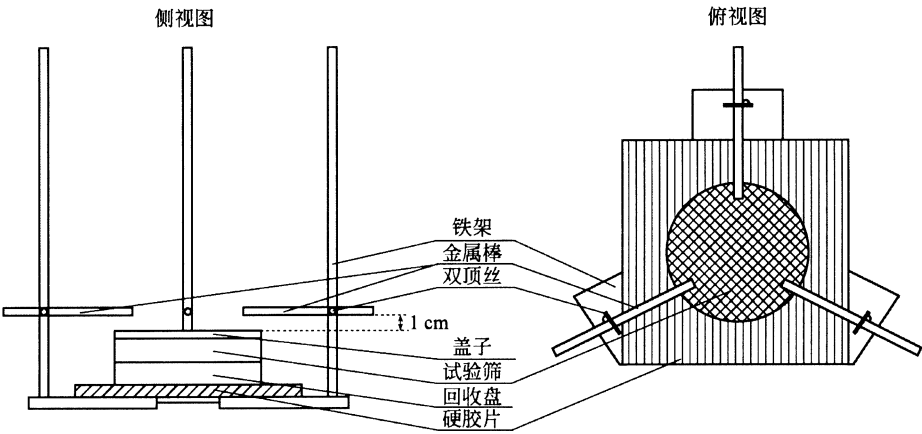


图 4 流动性测定仪器安装示意图

4.14.4 计算

试样的流动性按公式（4）计算：

$$w_4 = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100 \% \dots\dots\dots (4)$$

式中：

- $w_4$  —— 试样的流动性；
- $m_1$  —— 试样的质量的数值，单位为克（g）；
- $m_2$  —— 留在试验筛上试样的质量的数值，单位为克（g）。

4.14.5 结论

被测试样通过量≥99 %为流动性合格。

4.15 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、安全和保证期

### 5.1 标志、标签和包装

敌草隆水分散粒剂的标志、标签和包装应符合 GB 3796 的规定。

敌草隆水分散粒剂应用复合塑料袋或铝箔袋包装，每袋净含量一般为 50 g、100 g、250 g、500 g，每箱净含量不超过 10 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

敌草隆水分散粒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

本品属低毒制剂。对黏膜和呼吸道有刺激作用。可经皮肤吸收。使用本品时要避免与皮肤接触，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。中毒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，敌草隆水分散粒剂的保证期从生产日期起为 2 年。

附 录 A

(资料性附录)

敌草隆的其他名称、结构式和基本物化参数

本产品有效成分敌草隆的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

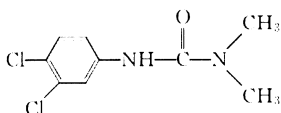
ISO 通用名称: Diuron

中文化学名称: 1,1-二甲基-3-(3,4-二氯苯基)脲

CAS 登录号: 330-54-1

CIPAC 数字代号: 100

结构式:



实验式:  $C_9H_{10}Cl_2N_2O$

相对分子质量: 233.10

生物活性: 除草

熔点:  $158\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 159\text{ }^{\circ}\text{C}$

蒸气压 ( $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ ):  $1.1 \times 10^{-3}\text{ mPa}$

溶解度 ( $27\text{ }^{\circ}\text{C}$ ): 水 37.4 mg/L ( $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ ), 丙酮 53 g/kg, 硬脂酸丁酯 1.4 g/kg, 苯 1.2 g/kg, 微溶于烃类

稳定性: 在中性介质中常温下稳定, 温度升高时发生水解; 在酸、碱介质中水解, 加热到  $180\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 190\text{ }^{\circ}\text{C}$  分解

---