HG

中华人民共和国化工行业标准

HG 2202—91

扑草净可湿性粉剂

1991-11-18 发布　　1992-07-01 实施

中华人民共和国化学工业部　　发布

中华人民共和国化工行业标准

HG 2202—91

扑 草 净 可 湿 性 粉 剂

1 主题内容与适用范围

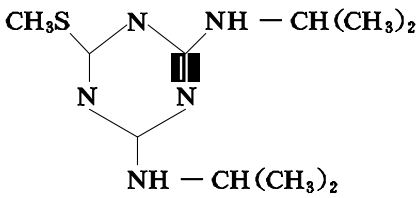
本标准规定了40%和25%扑草净可湿性粉剂的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存要求。

本标准适用于扑草净原药与填充剂、助剂加工而成的扑草净可湿性粉剂。

有效成分：扑草净

化学名称：4,6-双异丙胺基-2-甲硫基均三嗪

结构式：



分子式：$C_{10}H_{19}N_6S$

相对分子质量：241.36(按1987年国际相对原子质量)

2 引用标准

GB 1601 农药氢离子浓度测定方法

GB 1605 商品农药采样方法

GB 3796 农药包装通则

GB 5451 农药可湿性粉剂润湿性测定方法

HG 2—896 农药粉剂细度测定方法

3 技术要求

3.1 外观：无可见外来杂质的疏松粉末。

3.2 扑草净可湿性粉剂应符合下表指标要求。

中华人民共和国化学工业部1991-11-18批准 1992-07-01实施

项　　目	指　　标	
	40%	25%
扑草净含量,%(m/m)	$40.0^{+2.0}_{-1.0}$	$25.0^{+1.5}_{-0.8}$
细度〔通过 38μm(325 目)〕,%(m/m)　≥	95	95
润湿时间,s　≤	120	120
pH 值	6.0～9.0	6.0～9.0
悬浮率,%(m/m)　≥	50	50
热贮稳定性[1)]	合格	合格

注：1) 为型式检验项目。

4　试验方法

4.1　扑草净含量的测定(仲裁法)

4.1.1　方法提要

试样用三氯甲烷溶解,以三唑酮为内标物,用 3%聚乙二醇 20 000/Gas chrom Q 为填充物的色谱柱,对扑草净进行分离和定量。

4.1.2　试剂和溶液

三氯甲烷(GB 682);

聚乙二醇 20 000:气相色谱固定液;

Gas chrom Q:150～180μm(80～100 目),气相色谱用载体;

内标溶液:20g/L 三唑酮三氯甲烷溶液;

扑草净标样:已知含量,≥99.0%(m/m);

三唑酮:含量≥95%(m/m)。无干扰分析的杂质。

4.1.3　仪器

气相色谱仪:具有火焰离子化检测器;

色谱柱:长 1.8～2.0m,内径 4mm,内装 3%聚乙二醇 20 000/Gas chrom Q(150～180μm)填充物的不锈钢柱;

载气:氮气,氮含量大于 99.99%,尽量过滤掉其中的氧和水;

微量进样器:10μL。

4.1.4　操作步骤

4.1.4.1　色谱柱的制备

4.1.4.1.1　固定液的涂渍

称取 0.45g 聚乙二醇 20 000 于 100mL 烧杯中,加入约 45mL 三氯甲烷(以恰好浸没载体为宜)。搅拌使之完全溶解。将已称好的 15.0g 载体一次倒入上述烧杯中,将烧杯放在约 60℃的水浴中,并不时轻轻摇动烧杯使之混合均匀。待溶剂挥发近干,将烧杯置于 100℃烘箱中,干燥 1h。

4.1.4.1.2　色谱柱的填充

将洗干净的色谱柱入口端连接一小漏斗,出口端裹以纱布后,用橡皮管与真空泵相连。开启真空泵,由漏斗处分次倒入柱填充物,同时不断轻敲柱壁,使填充物紧密均匀地装满色谱柱,然后在柱两端各塞入一小团玻璃棉,并适当压紧。

4.1.4.1.3　色谱柱的老化

将色谱柱入口端与气化室相连,出口端暂不接检测器,以约 20mL/min 的载气流速,分阶段升温至 210℃,并在此温度下,至少老化 24h。

4.1.4.2 气相色谱仪操作条件

温度：

柱室 200±5℃；

汽化室 230℃；

检测器 230℃。

气体流速：

载气 80mL/min；

氢气 40mL/min；

空气 400mL/min。

进样量：

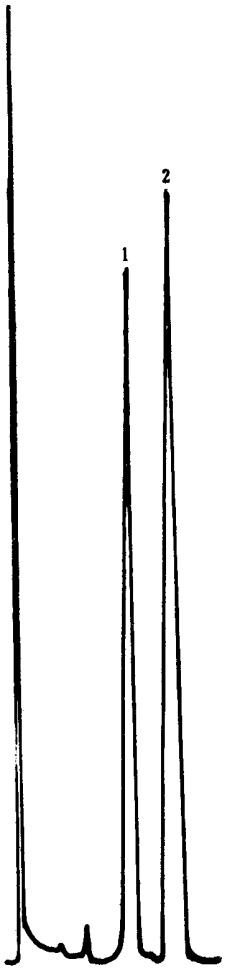
0.6μL。

保留时间：

扑草净 13min；

三唑酮 18min。

上述气相色谱操作条件，系典型操作参数。可根据仪器的特点，对操作参数作适当调整，以获得最佳效果。



扑草净气相色谱图

1—扑草净；2—三唑酮

4.1.4.3 标样溶液和试样溶液的制备

4.1.4.3.1 标样溶液

称取扑草净标样 0.10g，精确至 0.000 1g，于具盖小玻璃瓶中，用移液管加入 5.0mL 内标溶液，摇匀。

4.1.4.3.2 试样溶液

称取约含 0.10g 扑草净混匀的试样，精确至 0.000 1g，于具盖小玻璃瓶中，用移液管加入 5.0mL 内标溶液，充分摇匀，静置，取上层清液进样，必要时进行过滤。

4.1.4.4 测定

在选定的色谱条件下，待仪器稳定后，重复注入扑草净标样溶液，直至相邻两次进样的扑草净与内标物峰高比(或峰面积比)的相对偏差小于 0.6%为止。然后按下列顺序进样分析：

a. 标样溶液；

b. 试样溶液；

c. 试样溶液；

d. 标样溶液。

4.1.4.5 计算

根据 a、b、c、d 四次进样的色谱图，分别求出 a、d 和 b、c 扑草净与内标物峰高比(或峰面积比)的平均值。

扑草净的质量百分含量(X_1)按式(1)进行计算：

$$X_1=\frac{\bar{r}_1 \cdot m_2 \cdot P}{\bar{r}_2 \cdot m_1} \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：$\bar{r}_1$——b、c 两次进样试样溶液扑草净与内标物峰高比(或峰面积比)的平均值；

$\bar{r}_2$——a、d 两次进样标样溶液扑草净与内标物峰高比(或峰面积比)的平均值；

m_1——试样的质量，g；

m_2——标样的质量，g；

P——标样的纯度，%(m/m)。

4.1.5 允许差

本方法两次平行测定结果之差应不大于 1.0%。

4.2 pH 值的测定

按 GB 1601 中的 pH 计法进行。

4.3 润湿时间的测定

按 GB 5451 中的方法进行。

4.4 细度的测定

按 HG 2—896 中湿筛法进行。

4.5 悬浮率的测定

4.5.1 方法提要

用标准硬水配制已知浓度的悬浮液于量筒中，在规定的条件下，测定底部 1/10 悬浮液和沉淀中的扑草净的含量，计算其悬浮率。

4.5.2 溶液

标准硬水：342ppm。按 GB 5451 中的方法配制；

内标溶液：

A 液(用于 40%可湿性粉剂)：20g/L 三唑酮三氯甲烷溶液；

B 液(用于 25%可湿性粉剂)：12g/L 三唑酮三氯甲烷溶液。

4.5.3 仪器

具塞量筒：250mL，0～250mL 刻度间距离应为 20.0～21.5cm，250mL 刻度与塞子底部之间距离应为 4～6cm；

玻璃吸管：长约 40cm，其一端拉细的孔径为 2～3mm，管的另一端连接在抽气源上；

恒温水浴：30±1℃；

秒表

4.5.4 测定步骤

称取 1.0g 试样，精确至 0.000 1g，缓慢地放入盛有 50mL 标准硬水(30±1℃)的 200mL 烧杯中，用手摇荡烧杯作圆周运动 2min，每分钟 120 次。将烧杯静置于 30±1℃水浴中 13min，用 30±1℃的标准硬水将试样定量转移至 250mL 具塞量筒中，并稀释至刻度，盖上塞子。将量筒在 1min 内颠倒 30 次，再垂直放入无振动、无直射日光的恒温水浴中。放置 30min 后，用玻璃吸管在 10～15s 内将量筒上部 9/10 的悬浮液吸出。抽液时，吸管应依附筒壁，吸管的尖口应保持在液面下几毫米处，尽量减小对悬浮液的搅动。用长吸管吸取 1/10(25mL)剩余物于 50mL 烧杯中，用 15mL 水，分三次冲洗量筒底部(避免将量筒上部壁上粘着物洗入)，一并转入烧杯中。将烧杯置于 100℃水浴中蒸干。

称取 0.20g(对于 40%可湿性粉剂)或 0.12g(对于 25%可湿性粉剂)扑草净标样，精确至 0.000 1g，于具塞小玻璃瓶中，用移液管移取 10.0mL 相应的内标液(A 液或 B 液)分别于标样小瓶和剩余物烧杯中。按 4.1.4.3 和 4.1.4.4 条测定。

4.5.5 计算

先按式(2)计算出 1/10 剩余物中含有扑草净的质量，然后按式(3)计算扑草净的悬浮率(X_2)：

$$m_3=\frac{\bar{r}_1 \cdot m_2 \cdot P}{\bar{r}_2} \quad \cdots\cdots (2)$$

$$X_2=\frac{m_4-m_3}{m_4}\times 111.1 \quad \cdots\cdots (3)$$

式中：m_4——配制悬浮液所称试样中扑草净的质量，g；

m_3——1/10 剩余物中扑草净的质量，g；

111.1——换算系数。

4.5.6 允许差

本方法两次平行测定结果之差应不大于 5%。

4.6 热贮稳定性

4.6.1 仪器

烧杯：250mL，内径 6～6.5cm；

金属圆块：外涂塑料，直径略小于烧杯内径，重量为能使底面产生 2450Pa 的压力；

烘箱：54±2℃；

干燥器：不加干燥剂。

4.6.2 操作步骤

称取 20g 试样于烧杯中，并且不经使用压力使其铺成等厚度的平滑均匀层，将金属圆块轻轻放在烧杯里的试样表面上。将烧杯放在 54±2℃的烘箱中 14d。取出烧杯，拿掉圆块后，放入干燥器中冷却至室温。在 24h 内按本标准的 4.1.4.3 和 4.4 条所规定的方法进行试验，若结果符合本标准要求，则样品的热贮稳定性为合格。

5 检验规则

5.1 扑草净可湿性粉剂应由生产厂的质量监督检验部门按本标准进行检验。生产厂应保证所有出厂的扑草净可湿性粉剂都符合本标准要求。

5.2 使用单位有权按照本标准的各项规定检验所收到的扑草净可湿性粉剂的质量是否符合本标准要求。

5.3 取样方法按照 GB 1605 中的可湿性粉剂采样方法进行。所取样品应分装两瓶，一瓶送交质量监督检验部门检验，一瓶封存。

5.4 检验结果中，当有指标不符合本标准要求时，应重新自两倍量的包装件中取样检验。重新检验的结果，即使只有一项指标不符合本标准要求，则整批扑草净可湿性粉剂为不合格产品。

5.5 当供需双方对质量发生争议时，可通过双方协商解决，或由法定的检验机构，按本标准规定的检验方法，进行仲裁分析。

5.6 在正常情况下，型式检验项目的检验周期不超过一个季度。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 扑草净可湿性粉剂的标志和包装应符合 GB 3796 中的有关规定。

6.2 贮运时，应严防潮湿和日晒，保持良好通风，不得与食物、种子和饲料混放，避免与皮肤接触，防止由口鼻吸入。

6.3 在正常贮运条件下，自出厂之日起，两年内扑草净含量应符合本标准要求。

附 录 A
扑草净含量气相色谱测定方法
（补充件）

A1 方法提要

试样用二甲基甲酰胺溶解，以邻苯二甲酸二正戊酯为内标物，用 5%XE-60/Chromosorb WAW DMCS 为填充物的色谱柱，对扑草净进行分离和定量。

A2 试剂和仪器

二甲基甲酰胺（辽 Q 988—84）；

内标溶液：24g/L 邻苯二甲酸二正戊酯二甲基甲酰胺溶液；

扑草净标样：已知含量，≥99.0%（m/m）；

内标物：邻苯二甲酸二正戊酯，含量≥99%，经气相色谱分析无干扰物；

气相色谱仪：具有火焰离子化检测器；

色谱柱：长 2m，内径 4mm，内装 5%XE-60/chromosorb W AW DMCS 150～180μm 填充物的不锈钢柱；

微量进样器：10μL。

A3 色谱操作条件

温度：

柱室 212℃；

汽化室 250℃；

检测器 250℃。

气体流速：

载气（N_2） 20mL/min；

氢气 30mL/min；

空气 500mL/min。

进样量：

1μL。

保留时间：

扑草净 5.5min；

邻苯二甲酸二正戊酯 9.5min。

上述气相色谱操作条件，系典型操作参数。可根据仪器的特点，对操作参数作适当调整，以获得最佳效果。

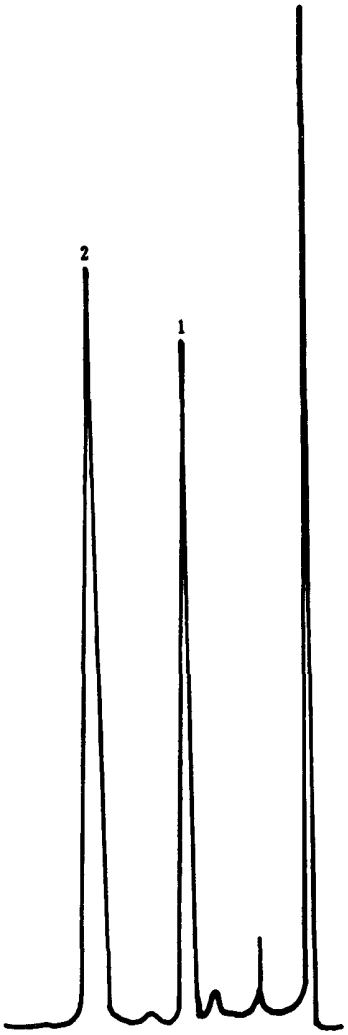


图 A1　扑草净气相色谱图

1—扑草净；2—邻苯二甲酸二正戊酯

A4　标样溶液和试样溶液的制备

称取约含 0.10g 扑草净的标样和混匀的试样，精确至 0.000 1g，分别置于具盖的小玻璃瓶中，各瓶中分别用移液管加入 5.0mL 内标溶液，充分摇匀，静置。取上层清液进样，必要时进行过滤。

A5　测定步骤

在选定条件下，待仪器稳定后重复注入标样溶液，直到相邻两次进样扑草净与内标物的峰高比的相对偏差小于 0.6%为止。然后，按下列顺序进样分析：

a.　标样溶液；

b.　试样溶液；

c.　试样溶液；

d.　标样溶液。

A6　计算

扑草净的质量百分含量(X_3)按式(A1)计算：

$$X_3=\frac{\bar{r}_3 \cdot m_2 \cdot P}{\bar{r}_4 \cdot m_1} \quad \cdots\cdots (A1)$$

式中：$\bar{r}_3$——b、c 两次进样试样溶液扑草净与内标物峰高比的平均值；

$\bar{r}_4$——a、d 两次进样标样溶液扑草净与内标物峰高比的平均值；

m_1——试样的质量，g；

m_2——标样的质量，g；

P——标样纯度，%(m/m)。

A7 允许差

本方法两次平行测定结果之差应不大于 1.0%。

附加说明：

本标准由中华人民共和国化学工业部科技司提出。

本标准由化学工业部沈阳化工研究院技术归口。

本标准由化学工业部沈阳化工研究院负责起草。吉化公司农药厂参加起草。

本标准主要起草人吴奇、王玉凡、张雪冰、王世燕、王凤芹、郑太永。