

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG 2204—91

莠 去 津 水 悬 浮 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

莠去津水悬浮剂

1 主题内容与适用范围

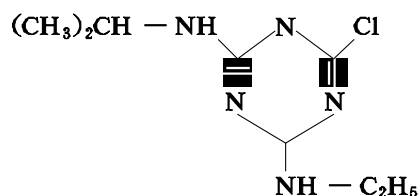
本标准规定了 38% 莠去津水悬浮剂的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存要求。

本标准适用于莠去津原药与填充剂、助剂经加工而成的莠去津水悬浮剂。

有效成分：莠去津

化学名称：2-氯-4-乙胺基-6-异丙胺基-1,3,5-三嗪

结构式：



分子式： $\text{C}_8\text{H}_{14}\text{ClN}_6$

相对分子质量：215.69 (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法

3 技术要求

3.1 外观：可流动的容易测量体积的悬浮液。经存放允许分层，但经手摇动仍能恢复原状。不允许结块。

3.2 莠去津水悬浮剂应符合下列指标要求。

项 目	指 标
莠去津含量，%(m/m)	38.0±2.0
悬浮率，%(m/m) ≥	90
pH 值	6.0~9.0
热贮稳定性 ¹⁾	合格

注：1) 为型式检验项目。

4 试验方法

4.1 莠去津含量的测定(仲裁法)

4.1.1 方法提要

试样烘去水分后,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,对莠去津进行分离和测定。

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;150~180 μ m(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;

莠去津标样:已知含量, $\geq 99\%$ (m/m);

三唑酮:含量 $>95\%$ (m/m),经气相色谱分析无干扰物。

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 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:10 μ L。

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。称取 15.0g 载体,一次倒入上述烧杯中,将烧杯放入约 60℃的水浴中,并不时轻轻摇动烧杯,使之混合均匀。待溶剂挥发近干时,将烧杯置于 100℃烘箱中,干燥 1h。

4.1.4.1.2 色谱柱的填充

将洗净烘干的色谱柱入口端连接一小漏斗,出口端包一纱布与真空泵相连。开启真空泵,由漏斗处倒入柱填充物,同时不断轻轻敲击柱壁,至填充物不再下降为止。取下色谱柱,柱两端塞少许玻璃棉。

4.1.4.1.3 色谱柱的老化

将色谱柱入口端接汽化室,出口端不接检测器。载气流速为 20mL/min,柱温在 6h 内由 100℃分六次升至 210℃,并在此温度下至少老化 24h。

4.1.4.2 色谱操作条件

温度:

柱室 200 \pm 5℃;

汽化室 230℃;

检测器 230℃。

气体流速:

载气 (N₂)80mL/min;

氢气 40mL/min;

空气 400mL/min。

进样量:

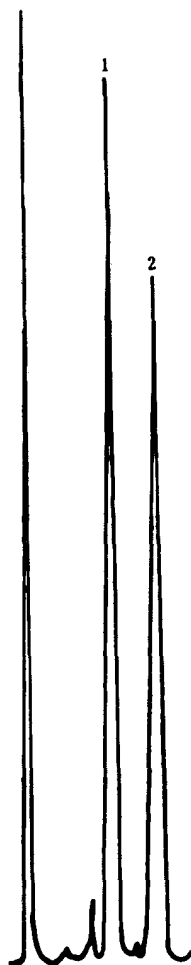
0.5 μ L。

保留时间:

莠去津 11min;

三唑酮 17min。

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。



莠去津气相色谱图

1—莠去津;2—三唑酮

4.1.4.3 标样溶液和试样溶液的制备

称取含 0.10g 莠去津的标样和充分摇匀的试样(精确至 0.0001g),于具塞小瓶中。试样小瓶放于 105℃烘箱中烘干。用移液管移取 5.0mL 内标溶液于各小瓶中。充分摇动小瓶,静置。取上层清液进样。必要时进行离心或过滤。

4.1.4.4 测定

在选定的色谱条件下,待仪器稳定后,重复注入莠去津标样溶液,直到相邻两次进样的莠去津与三唑酮的峰高比(或峰面积比)的相对偏差小于 0.7%为止。然后按下列顺序进样:

- 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 莠去津与三唑酮峰高比(或峰面积比)的平均值。

莠去津的质量百分含量(x_1)按式(1)进行计算:

$$x_1 = \frac{\bar{r}_1 \cdot m_2 \cdot w}{\bar{r}_2 \cdot m_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中: \bar{r}_1 ——b、c 两次进样试样溶液莠去津与三唑酮峰高比(或峰面积比)的平均值;

\bar{r}_2 ——a、d 两次进样标样溶液莠去津与三唑酮峰高比(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;

w ——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 悬浮率的测定

4.2.1 方法提要

称取 1g 试样, 用标准硬水制备成悬浮液于量筒中, 在规定条件下, 测定底部 1/10 悬浮液和沉淀中莠去津的量, 计算其悬浮率。

4.2.2 溶液

标准硬水: 342ppm, 按 GB 5451 中的方法配制。

内标溶液: 15g/L 三唑酮三氯甲烷溶液。

4.2.3 仪器

恒温水浴: $30 \pm 1^\circ\text{C}$

量筒: 具磨口塞, 0~250mL 刻度线的距离为 20~21.5cm, 250mL 刻度线距塞子底部为 4~6cm;

玻璃吸管: 长约 40cm, 内径 5mm, 在一端尖口处有 2~3mm 的孔, 另一端接抽气源。

4.2.4 测定步骤

量取 100mL 标准硬水于 250mL 量筒中, 将量筒放在 $30 \pm 1^\circ\text{C}$ 的水浴中。称取含有 0.4g 莠去津的试样(精确至 0.0001g), 于 50mL 烧杯中, 用标准硬水($30 \pm 1^\circ\text{C}$)将试样定量转移到上述量筒中, 并稀释至 250mL, 插上塞子, 以每两秒一次的速度, 将量筒上下倒置 30 次, 垂直放于水浴中, 水面应至量筒颈部, 防止振动, 保持 30min。然后, 将量筒上部 9/10 的悬浮液抽出。抽液时, 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。

用长吸管将量筒中 1/10 剩余物吸至 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。将烧杯放于 100°C 水浴上蒸干。

称取 0.07g 莠去津标样(精确至 0.0001g), 于一具塞小瓶中。分别移取 5.0mL 内标液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。

4.2.5 计算

先按式(2)计算出 1/10 剩余物中含莠去津的质量, 然后按式(3)计算莠去津水悬浮剂的悬浮率(x_2)。

$$m_3 = \frac{\bar{r}_1 \cdot m_2 \cdot w}{\bar{r}_2} \dots\dots\dots (2)$$

$$x_2 = \frac{m_4 - m_3}{m_4} \times 111.1 \dots\dots\dots (3)$$

式中： m_3 ——1/10 剩余物中含有莠去津的质量，g；

m_4 ——配制悬浮液所称取试样中含有莠去津的质量，g；

111.1——换算系数；

\bar{r}_1 、 \bar{r}_2 、 w 同式(1)。

4.2.6 允许差

本方法两次平行测定结果之差应不大于 2%。

4.3 pH 值的测定

称取 0.5g 试样，加 50mL 水。其余按 GB 1601 中 pH 计法进行。

4.4 热贮稳定性

4.4.1 仪器

烘箱： $54\pm 2^\circ\text{C}$ ；

安瓿：容量为 50mL，颈长约 5mm。

4.4.2 操作步骤

吸取约 30mL 试样注入安瓿中，不要使试样接触安瓿颈。加热安瓿颈口，使之熔化密封。将安瓿置于 $54\pm 2^\circ\text{C}$ 的烘箱中，贮存 14d。然后将安瓿取出，自然冷却至室温，在 24h 内，按 4.1、4.2、4.3 进行测定。若测定结果和外观符合本标准技术要求，则试样的热贮稳定性为合格。

5 检验规则

5.1 莠去津水悬浮剂应由生产单位的质量监督检验部门进行检验，生产单位应保证所有出厂的莠去津水悬浮剂都符合本标准的要求。

5.2 经营单位和使用单位有权按照本标准中的各项规定检验所收到的莠去津水悬浮剂是否符合本标准的要求。

5.3 取样方法应按照 GB 1605 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。重新检验的结果中，即使有一项指标不符合本标准要求，则整批莠去津水悬浮剂为不合格产品。

5.5 当供需双方对产品质量发生争议时，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 标志和包装应符合 GB 3796 中的有关规定。

6.2 运输和贮存时，应防止日晒，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 本产品的保证期为 2 年。即在正常包装和贮存条件下，自出厂之日起，两年内所有指标应符合本标准的技术要求。

附 录 A
莠去津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,以西草净为内标物,用 5%XE-60/Chromosorb W/AW-DMCS 色谱柱上对莠去津进行分离和测定。

A2 试剂和仪器

二甲基甲酰胺;

内标溶液:66g/L 西草净二甲基甲酰胺溶液;

莠去津标样:已知含量, $\geq 99\%$ (m/m);

西草净:含量 $\geq 95\%$ (m/m),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 不锈钢柱,内填 5%XE-60/chromosorb W/AW-DMCS(150~180 μ m);

微量进样器:10 μ L。

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(N₂) 20mL/min;

氢气 30mL/min;

空气 500mL/min。

进样量:

1 μ L。

保留时间:

莠去津 7min;

西草净 11min。

上述色谱操作条件,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。

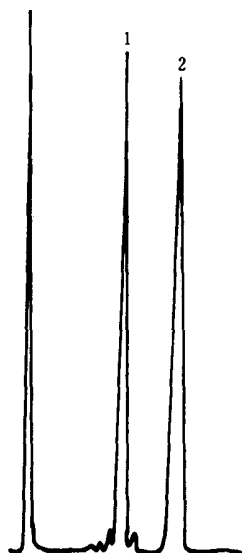


图 A1 莠去津气相色谱图
1—莠去津;2—西草净

A4 标样溶液和试样溶液的制备

称取约含 0.08g 莠去津的标样和充分摇匀的试样(精确至 0.000 1g),分别置于具塞小瓶中。试样小瓶置于 105℃烘箱中烘干,用移液管移取 2.0mL 内标溶液于各小瓶中,充分振摇小瓶,静置。取上层清液进样,必要时进行过滤。

A5 测定步骤

在选定色谱条件下,待仪器稳定后,重复注入莠去津标样溶液,直到相邻两次进样莠去津与西草净的峰高比的相对偏差小于 0.7% 为止。然后,按下列顺序进样:

- a. 标样溶液;
- b. 试样溶液;
- c. 试样溶液;
- d. 标样溶液。

A6 计算

莠去津的质量百分含量(x_4)按式(A1)计算:

$$x_4 = \frac{\bar{r}_3 \cdot m_2 \cdot w}{\bar{r}_4 \cdot m_1} \dots\dots\dots (A1)$$

式中: \bar{r}_3 ——b、c 两次进样试样溶液莠去津与西草净峰高比的平均值;

\bar{r}_4 ——a、d 两次进样标样溶液莠去津与西草净峰高比的平均值;

m_1 ——试样的质量, g;

m_2 ——标样的质量, g;

w ——标样的纯度, % (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。

本标准主要起草人吴齐、张雪冰、王玉凡、王世燕、王凤芹、郑太永。