

ICS 65.100.20
G 25
备案号: 53295—2016

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4944—2016

灭草松水剂

Bentazone aqueous solution

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。

本标准起草单位：合肥星宇化学有限责任公司、江苏绿利来股份有限公司、安徽久易农业股份有限公司、浙江中山化工集团股份有限公司、江苏剑牌农化股份有限公司、江苏省激素研究所股份有限公司、衡水景美化学工业有限公司、沈阳化工研究院有限公司。

本标准主要起草人：王海霞、谷兵、李丽、周虹、段良菊、杨华春、吴莹、周雪芳、李有。

灭草松水剂

1 范围

本标准规定了灭草松水剂的要求，试验方法以及标志、标签、包装、贮运、安全和保证期。

本标准适用于由灭草松原药、水及适宜的助剂组成的灭草松水剂。

注：灭草松的其他名称、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 4472 化工产品密度、相对密度的测定

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 农药悬浮率测定方法

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 28136—2011 农药水不溶物测定方法

3 要求

3.1 外观

本品应由符合标准的灭草松原药制成。外观为稳定的均相液体，无可见的悬浮物和沉淀。

3.2 技术指标

灭草松水剂还应符合表 1 的要求。

表 1 灭草松水剂控制项目指标

项 目	指 标		
	25 %	40 % (480 g/L)	48 % (560 g/L)
灭草松质量分数 ^a /%	25.0 ^{+1.5} _{-1.5}	40.0 ^{+2.0} _{-2.0}	48.0 ^{+2.4} _{-2.4}
灭草松质量浓度(20℃)/(g/L)		480 ⁺²⁴ ₋₂₄	560 ⁺²⁵ ₋₂₅
水不溶物/%	≤	0.3	
pH 值范围	7.0~10.0		
稀释稳定性(稀释 20 倍)	合格		
低温稳定性 ^b	合格		
热贮稳定性 ^b	合格		
^a 当发生争议时,以灭草松质量分数为仲裁。 ^b 正常生产时,低温稳定性和热贮稳定性试验每 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 200 mL。

4.3 鉴别试验

高效液相色谱法——本鉴别试验可与灭草松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灭草松的保留时间的相对差值应在 1.5 % 以内。

4.4 灭草松质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样用甲醇溶解。以甲醇+水+冰乙酸为流动相,使用以 C₁₈ 为填料的不锈钢柱和紫外检测器(230 nm)对试样中的灭草松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:色谱纯。

水:新蒸二次蒸馏水。

冰乙酸。

灭草松标样:已知灭草松质量分数, $w \geq 98.0\%$ 。

4.4.3 仪器

高效液相色谱仪：具有紫外可变波长检测器。

色谱数据处理机或工作站。

色谱柱：150 mm × 4.6 mm (i. d.) 不锈钢柱，内装 5 μm C₁₈ 填充物。

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm。

微量进样器：50 μL。

定量进样管：5 μL。

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+冰乙酸)=50+50+0.3 (体积比)，经滤膜过滤，并进行脱气；

流速：1.0 mL/min；

柱温：30 ℃；

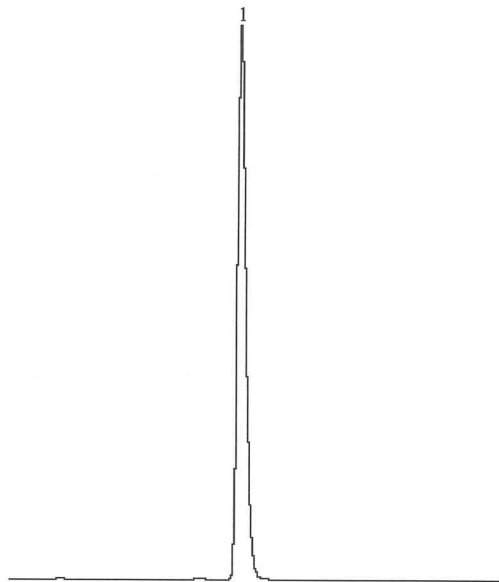
检测波长：230 nm；

进样体积：5 μL；

保留时间：灭草松约 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。

典型的灭草松水剂的高效液相色谱图见图 1。



说明：

1——灭草松。

图 1 灭草松水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

称取灭草松标样 0.1 g (精确至 0.000 1 g)，置于 50 mL 容量瓶中，加甲醇振荡使之溶解，用甲醇稀释至刻度，摇匀。用移液管吸取 5 mL 上述试液于另一 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

称取含灭草松 0.1 g 的试样（精确至 0.000 1 g），置于 50 mL 容量瓶中，加甲醇振摇使之溶解，用甲醇稀释至刻度，摇匀。用移液管吸取 5 mL 上述试液于另一 50 mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀。

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，直至相邻两针灭草松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灭草松峰面积分别进行平均。

试样中灭草松质量分数，按公式（1）计算；试样中灭草松质量浓度，按公式（1'）计算：

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

$$\rho_1 = \frac{A_2 m_1 w \rho \times 10}{A_1 m_2} \dots\dots\dots (1')$$

式中：

w_1 ——试样中灭草松质量分数，以 % 表示；

A_2 ——试样溶液中灭草松峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量的数值，单位为克（g）；

w ——标样中灭草松质量分数，以 % 表示；

A_1 ——标样溶液中灭草松峰面积的平均值；

m_2 ——试样的质量的数值，单位为克（g）；

ρ_1 ——试样中灭草松质量浓度，单位为克每升（g/L）；

ρ ——20 °C 时试样的密度的数值，单位为克每毫升（g/mL）（按 GB/T 4472 进行测定）。

4.4.5.5 允许差

灭草松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。

4.5 水不溶物的测定

按 GB/T 28136—2011 中 3.3 进行。

4.6 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.7 稀释稳定性试验

4.7.1 试剂和仪器

标准硬水： $\rho(\text{Mg}^{2+} + \text{Ca}^{2+}) = 342 \text{ mg/L}$ ，按 GB/T 14825 配制。

量筒：100 mL。

恒温水浴：30 °C ± 2 °C。

移液管：5 mL。

4.7.2 试验步骤

用移液管吸取 5 mL 试样，置于 100 mL 量筒中，用标准硬水稀释至刻度，混匀。将此量筒放入 30 °C ± 2 °C 的恒温水浴中，静置 1 h。稀释液均一、无析出物为合格。

4.8 低温稳定性试验

按 GB/T 19137 中“乳剂和均相液体制剂”进行。析出固体或油状物的体积不超过 0.3 mL 为合格。

4.9 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136 中“液体制剂”进行。热贮后灭草松质量分数应不低于热贮前的 95 %，稀释稳定性仍应符合标准要求。

4.10 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

灭草松水剂的标志、标签和包装应符合 GB 3796 的规定。

灭草松水剂应用玻璃瓶或塑料聚酯瓶包装，每瓶净含量为 500 g 或 1 kg；每箱净含量不大于 12 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

灭草松水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

灭草松为低毒除草剂。吞噬和吸入均有毒。使用本品时应穿戴防护用品，施药后应用肥皂洗净。一旦误服，应立即送医院对症治疗。

5.4 保证期

在规定的贮运条件下，灭草松水剂的保证期从生产日期算起为 2 年。

附 录 A
(资料性附录)

灭草松的其他名称、结构式和基本物化参数

本产品有效成分灭草松的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

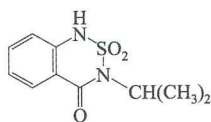
ISO 通用名称: bentazone

CAS 登记号: 25057-89-0

CIPAC 数字代码: 366

化学名称: 3-异丙基-1*H*-2,1,3-苯并噻二嗪-4(3*H*)-酮-2,2-二氧化物

结构式:



实验式: $C_{10}H_{12}N_2O_3S$

相对分子质量: 240.3

生物活性: 除草

熔点: 139 °C ~ 141 °C

蒸气压 (20 °C): 0.17 mPa

溶解度 (20 °C, g/kg): 水 570 (mg/L, pH 7); 丙酮 1507, 乙醇 861, 乙酸乙酯 650, 乙醚 616, 氯仿 180, 苯 33, 环己烷 0.2

稳定性: 酸碱介质中不易水解, 光照分解
