



# 中华人民共和国国家标准

GB 22178—2008

---

## 噁草酮乳油

Oxadiazon emulsifiable concentrates

2008-07-11 发布

2009-01-01 实施

---

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

## 前 言

本标准的第3章、第5章是强制性的,其余是推荐性的。

本标准的附录A是资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会(CSBTS/TC 133)归口。

本标准负责起草单位:沈阳化工研究院、安徽省化工研究院。

本标准参加起草单位:安徽科立华化工公司。

本标准主要起草人:姜敏怡、邢君、韩谋国、蒋囡、王多余。

本标准委托全国农药标准化技术委员会秘书处负责解释。

## 噁草酮乳油

该产品有效成分噁草酮的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

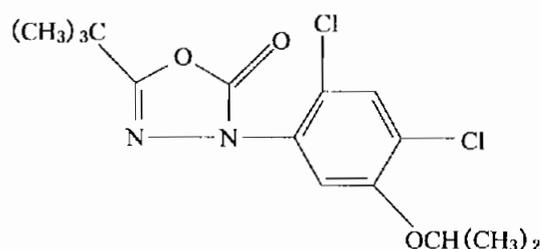
ISO 通用名称:oxadiazon

CAS 登录号:19666-30-9

CIPAC 数字代码:213

化学名称:5-特丁基-3-(2,4-二氯-5-异丙氧苯基)-1,3,4-噁二唑-2(3H)-酮

结构式:



实验式: $C_{15}H_{18}Cl_2N_2O_3$

相对分子质量:345.2(按 2005 年国际相对原子质量计)

生物活性:除草

熔点:约 90 °C

蒸气压:小于 0.133 mPa(20 °C)

溶解度(20 °C):水中 0.7 mg/L;丙酮、苯乙酮、苯甲醚中 600 g/L;苯、甲苯、三氯甲烷中 1 kg/L。

稳定性:常温下贮存稳定。土壤中  $DT_{50}$  约 90 d。

### 1 范围

本标准规定了噁草酮乳油的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由噁草酮原药与乳化剂溶解在适宜的溶剂中配制而成的噁草酮乳油。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 1600 农药水分测定方法

GB/T 1601 农药 pH 值的测定方法

GB/T 1603 农药乳液稳定性测定方法

GB/T 1604 商品农药验收规则

GB/T 1605—2001 商品农药采样方法

GB/T 4472 化工产品密度、相对密度测定通则

GB 4838 农药乳油包装

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

## 3 要求

## 3.1 组成和外观

本品应由符合标准的噁草酮原药与乳化剂溶解在适宜的溶剂中配制而成,应为稳定的均相液体,无可见的悬浮物和沉淀。

## 3.2 噁草酮乳油应符合表 1 要求。

表 1 噁草酮乳油质量控制项目指标

项 目	指标	
	250 g/L	120 g/L
噁草酮质量分数 <sup>a</sup> /%	25.5 $\pm$ 1.5	12.5 $\pm$ 0.7
或质量浓度(20℃)/g/L	250 $\pm$ 15	120 $\pm$ 7
水分/%	≤	0.5
pH 值范围	4.0~7.0	
乳液稳定性(稀释 200 倍)	合格	
低温稳定性 <sup>b</sup>	合格	
热贮稳定性 <sup>b</sup>	合格	
<sup>a</sup> 当发生争议时,以噁草酮质量分数为仲裁。 <sup>b</sup> 正常生产时,低温稳定性和热贮稳定性试验,每 3 个月至少进行一次测定。		

## 4 试验方法

## 4.1 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 250 mL。

## 4.2 鉴别试验

气相色谱法 本鉴别试验可与噁草酮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主色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

## 4.3 噁草酮质量分数和质量浓度的测定

## 4.3.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解,以二十四烷为内标物,使用 HP-5(5%苯甲基硅酮)涂壁的石英毛细管柱,和氢火焰离子化检测器,对试样中的噁草酮进行毛细管气相色谱分离和测定。本方法为仲裁法,也可使用填充柱气相色谱法,色谱操作条件参见附录 A。

## 4.3.2 试剂和溶液

三氯甲烷;

噁草酮标样:已知质量分数, $w \geq 99.0\%$ ;

二十四烷:不含有干扰分析的杂质;

内标溶液:称取 5.0 g 的二十四烷,于 1 000 mL 的容量瓶中,用三氯甲烷溶解、定容、摇匀。

## 4.3.3 仪器

气相色谱仪:具氢火焰离子化检测器;

色谱柱:30 m×0.32 mm (i. d.) 石英毛细柱,内壁涂 HP-5(5%苯甲基硅酮),膜厚 0.25  $\mu$ m;

色谱数据处理机或色谱工作站。

#### 4.3.4 气相色谱操作条件

温度(℃):柱室 210、气化室 250、检测室 260;

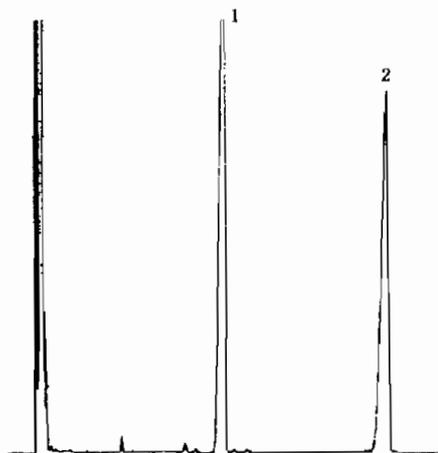
气体流量(mL/min):载气(N<sub>2</sub>) 1.8、补偿气(N<sub>2</sub>) 25、氢气 40、空气 400;

分流比:40:1;

进样体积:1.0 μL;

保留时间:噁草酮:约 6.5 min、内标物:约 10.8 min。

上述气相色谱操作条件,系典型操作参数。可根据不同仪器特点,对给定的操作参数作适当调整,以期获得最佳效果。典型的噁草酮乳油与内标物的气相色谱图见图 1。



1——噁草酮;

2 内标物。

图 1 噁草酮乳油与内标物的气相色谱图

#### 4.3.5 测定步骤

##### 4.3.5.1 标样溶液的配制

称取噁草酮标样 0.05 g(精确至 0.000 02 g),置于一具塞玻璃瓶中,用移液管准确加入 5 mL 内标溶液,摇匀。

##### 4.3.5.2 试样溶液的配制

称取含噁草酮约 0.05 g 的试样(精确至 0.000 02 g),置于一具塞的玻璃瓶中,用与 4.3.5.1 中使用的同一支移液管准确加入 5 mL 内标溶液,摇匀。

##### 4.3.5.3 测定

在上述色谱操作条件下,待仪器稳定后,连续注入数针标样溶液,直至相邻两针噁草酮与内标物的峰面积比的相对变化小于 1.5%后,按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行分析测定。

#### 4.3.6 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噁草酮与内标物的峰面积比分别进行平均。试样中噁草酮质量分数  $w_1$  (%)按式(1)计算;质量浓度  $\rho_1$  (g/L)按式(2)计算:

$$w_1 = \frac{\gamma_2 \times m_1 \times w}{\gamma_1 \times m_2} \quad \dots\dots\dots(1)$$

$$\rho_1 = \frac{\gamma_2 \times m_1 \times w}{\gamma_1 \times m_2} \times \rho \times 10 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$\gamma_1$ ——标样溶液中噁草酮与内标物峰面积比的平均值;

$\gamma_2$ ——试样溶液中噁草酮与内标物峰面积比的平均值；

$m_1$ ——标样的质量,单位为克(g)；

$m_2$ ——试样的质量,单位为克(g)；

$w$ ——标样中噁草酮的质量分数,以%表示；

$\rho$ ——20℃时试样的密度,单位为克每毫升(g/mL)(按 GB/T 4472 中“密度计法”进行测定)。

#### 4.3.7 允许差

两次平行测定结果之差,应不大于 0.5%,取其算术平均值作为测定结果。

#### 4.4 水分的测定

按 GB/T 1600 中的“卡尔·费休法”进行。

#### 4.5 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

#### 4.6 乳液稳定性试验

试样用标准硬水稀释 200 倍,按 GB/T 1603 进行试验和判定。在 30℃±1℃放置 1 h,上无浮油,下无沉淀(或沉油)为合格。

#### 4.7 低温稳定性试验

按 GB/T 19137 中“乳剂和均相液体制剂”进行,离心管底部析出物的体积不超过 0.3 mL 为合格。

#### 4.8 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136 中“液体制剂”进行。热贮后,噁草酮质量分数不应低于热贮前测得平均含量的 97%;乳液稳定性仍应符合标准要求。

#### 4.9 产品的检验和验收

产品的检验与验收,应符合 GB/T 1604 的规定。极限数值的处理,采用修约值比较法。

### 5 标志、标签、包装、贮运

5.1 噁草酮乳油的标志、标签和包装,应符合 GB 4838 的规定。

5.2 噁草酮乳油用洁净、干燥的玻璃瓶或聚酯瓶包装,每瓶净含量为 250 mL(g)、500 mL(g),外用瓦楞纸箱包装,每箱 20 瓶。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 4838 的规定。

5.3 噁草酮乳油包装件应贮存在通风、干燥的库房中。

5.4 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。

5.5 安全:本品属低毒除草剂,吞噬和吸入均有毒,可经皮肤渗入。使用本品时要戴护镜和胶皮手套穿必要的防护衣物。如皮肤、眼睛不慎沾上本品,应立即用大量清水冲洗。误服者应立即送医院对症治疗。

5.6 保证期:在规定的贮存、运输条件下,噁草酮乳油的保证期,从生产日期算起为 2 年。

附录 A  
(资料性附录)

噁草酮填充柱气相色谱分析条件

A.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解,以邻苯二甲酸双环己酯为内标物,使用 5%OV-210/Chromosorb W AW-DMCS(180~250  $\mu\text{m}$ )为填充物的不锈钢柱和氢火焰离子化检测器,对噁草酮进行气相色谱分离和测定。

A.2 试剂和溶液

三氯甲烷;

噁草酮标样:已知质量分数  $w \geq 99.0\%$ ;

内标物:邻苯二甲酸双环己酯,不应含有干扰分析的杂质。

A.3 仪器和试剂

气相色谱仪:具氢火焰离子化检测器;

色谱数据处理机;

色谱柱:1 m $\times$ 3 mm(i. d.)不锈钢柱;

柱填充物:OV-210 涂渍在 Chromosorb W AW-DMCS 载体(180  $\mu\text{m}$ ~250  $\mu\text{m}$ )上,固定液:(固定液+载体)=5:100。

A.4 色谱操作条件

温度( $^{\circ}\text{C}$ ):柱温 200、气化室 250、检测器 260;

流速(mL/min):载气( $\text{N}_2$ )30、氢气 30、空气 300;

进样体积:1.0  $\mu\text{L}$ ;

保留时间(min):噁草酮 约 8.9;内标物 约 15.8。

A.5 测定步骤

A.5.1 标样溶液的制备

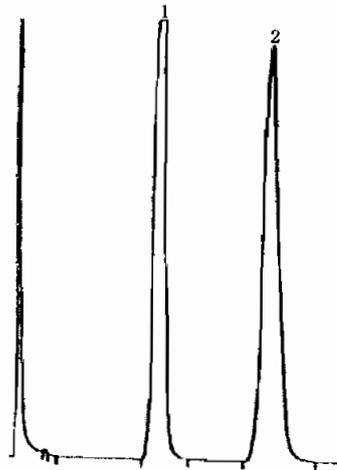
称取噁草酮标样 0.05 g(精确至 0.000 02 g),置于一具塞的玻璃瓶中,用移液管准确加入 5 mL 内标溶液,摇匀。

A.5.2 试样溶液的制备

称取含噁草酮约 0.05 g 的试样(精确至 0.000 02 g),置于一具塞的玻璃瓶中,用与 A.5.1 中使用的同一支移液管准确加入 5 mL 内标溶液,摇匀。

A.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,直至相邻两针噁草酮与内标物的峰面积比的变化小于 1.5%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。典型图谱见图 A.1。



- 1 噁草酮；
- 2 内标物。

图 A. 1 噁草酮与内标物的气相色谱图

A. 6 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噁草酮与内标物峰面积之比,分别进行平均。试样中噁草酮质量分数  $w_1$  (%)按式(A. 1)计算;质量浓度  $\rho$ (g/L)按式(A. 2)计算:

$$w_1 = \frac{\gamma_2 \times m_1 \times w}{\gamma_1 \times m_2} \dots\dots\dots (A. 1)$$

$$\rho_1 = \frac{\gamma_2 \times m_1 \times w}{\gamma_1 \times m_2} \times \rho \times 10 \dots\dots\dots (A. 2)$$

式中:

- $\gamma_1$ ——标样溶液中噁草酮与内标物峰面积比的平均值;
- $\gamma_2$ ——试样溶液中噁草酮与内标物峰面积比的平均值;
- $m_1$ ——标样的质量,单位为克(g);
- $m_2$ ——试样的质量,单位为克(g);
- $w$ ——标样中噁草酮的质量分数,以%表示;
- $\rho$ ——20 °C时试样的密度,单位为克每毫升(g/mL)(按 GB/T 4472 中“密度计法”进行测定)。