

ICS 65.100

G 25

备案号:10932—2002

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG 3702—2002

氟乐灵乳油

Trifluralin Emulsifiable Concentrates

2002-09-28 发布

2003-06-01 实施

中华人民共和国国家经济贸易委员会 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。

本标准由原国家石油和化学工业局政策法规司提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会(CSBTC/TC133)归口。

本标准负责起草单位:沈阳化工研究院。

本标准参加起草单位:东阳市东农化工有限公司。

本标准主要起草人:张丕龙、楼少巍、徐国新、吴昊。

本标准委托全国农药标准化技术委员会秘书处负责解释。

氟乐灵乳油

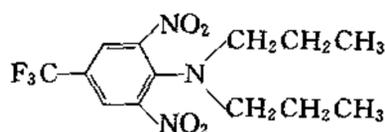
该产品有效成分氟乐灵的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO 通用名称：Trifluralin

CIPAC 数字代号：183

化学名称：*N,N*-二丙基-4-三氟甲基-2,6-二硝基苯胺

结构式：



实验式： $C_{13}H_{16}F_3N_3O_4$

相对分子质量：335.3(按 1997 年国际相对原子质量计)

生物活性：除草

蒸气压(25℃)： 1.4×10^{-4} Pa

相对密度(22℃)：1.36

闪点(℃)：151(闭口杯)

熔点(℃)：48.5~49

沸点(℃, 24 Pa)：96~97

溶解度(g/L, 25℃)：水 1.84×10^{-4} (pH5)、 2.21×10^{-4} (pH7)、 1.88×10^{-4} (pH9)，丙酮 400，二甲苯 580，三氯甲烷、乙腈、甲苯、乙酸乙酯 >1000，甲醇 33~40，己烷 50~60

稳定性：52℃以下稳定，pH=3~9(52℃)的水介质中稳定，紫外光照射分解

1 范围

本标准规定了氟乐灵乳油的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由符合标准的氟乐灵原药与乳化剂溶解在适宜的溶剂中配制成的氟乐灵乳油。

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 值测定方法
- GB/T 1603 农药乳剂稳定性测定方法
- GB/T 1604 商品农药验收规则
- GB/T 1605 商品农药采样方法
- GB/T 4472—1984 化工产品密度、相对密度测定通则
- GB 4838 农药乳油包装

3 要求

- 3.1 外观：应是稳定的均相橘黄色液体，无可见的悬浮物和沉淀。
- 3.2 氟乐灵乳油控制项目指标应符合表 1 要求。

表 1 氟乐灵乳油控制项目指标

项 目	指 标
氟乐灵质量分数 ^a , %	45.5±1.0
或质量浓度(20℃), g/100 mL	48.0±1.0
水分, %	≤ 0.3
pH 值范围	4.0~8.0
乳液稳定性(稀释 200 倍)	合格
低温稳定性 ^b	合格
热贮稳定性 ^b	合格
<p>^a 当对氟乐灵质量发生争议时,以质量分数计算结果为准。</p> <p>^b 低温稳定性和热贮稳定性试验在正常生产情况下,至少每三个月检验一次。</p>	

4 试验方法

4.1 抽样

按照 GB/T 1605 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。

4.2 鉴别试验

4.2.1 气相色谱法:本鉴别试验可与氟乐灵质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中某一色谱峰的保留时间与标样溶液中氟乐灵色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

4.2.2 红外光谱法:试样中分离出的有效成分与标样在 $4\ 000\ \text{cm}^{-1}$ ~ $400\ \text{cm}^{-1}$ 波数范围内的红外光谱图应没有明显的差异。氟乐灵标样的红外光谱图见图 1。

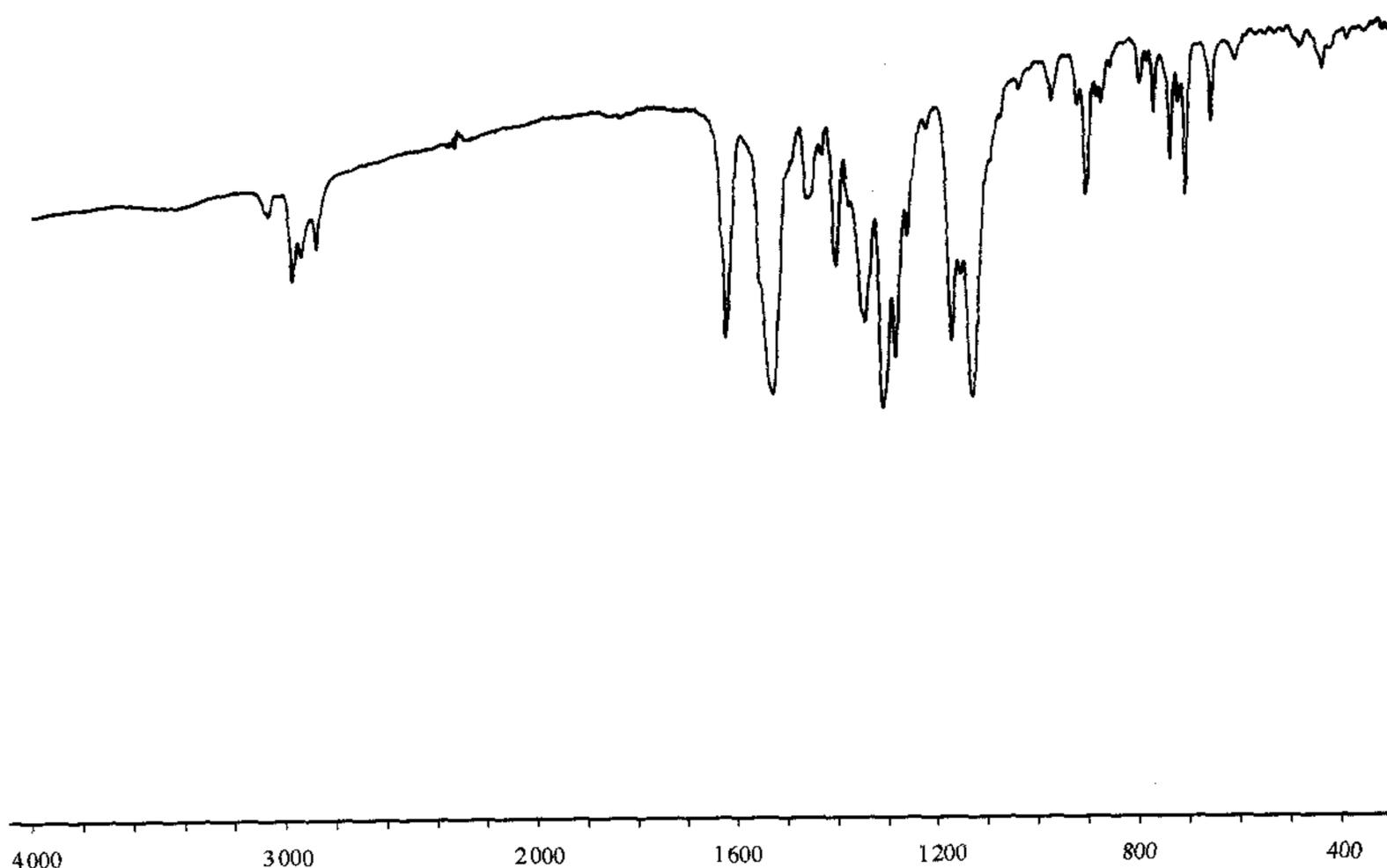


图 1 氟乐灵标样的红外光谱图

4.3 氟乐灵质量分数的测定

4.3.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以邻苯二甲酸二异丁酯为内标物,使用5%DC-200为填充物的玻璃柱和氢火焰离子化检测器,进行气相色谱分离,内标法定量。

4.3.2 试剂和溶液

丙酮。

氟乐灵标样:已知质量分数大于等于99.0%。

内标物:邻苯二甲酸二异丁酯,应没有干扰分析的杂质。

固定液:DC-200。

载体:Chromosorb W/AW DMCS(180 μm ~250 μm)。

内标溶液:称取邻苯二甲酸二异丁酯0.8 g,置于250 mL容量瓶中,加适量丙酮溶解,并稀释至刻度,摇匀。

4.3.3 仪器

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:1.5 m \times 3.2 mm(i. d.)玻璃柱。

柱填充物:DC-200涂渍在Chromosorb W/AW DMCS(180 μm ~250 μm)上,固定液:(固定液+载体)=5:100。

4.3.4 色谱柱的制备

4.3.4.1 固定液的涂渍

准确称取0.5 g DC-200固定液于250 mL烧杯中,加入适量(略大于载体体积)丙酮使其完全溶解,倒入9.5 g载体,轻轻振动,使之混合均匀并使溶剂挥发近干,再将烧杯放入80 $^{\circ}\text{C}$ 的烘箱中干燥2 h,取出放在干燥器中冷却至室温。

4.3.4.2 色谱柱的填充

将一小漏斗接到经洗涤干燥的色谱柱的出口,分次把制备好的填充物填入柱内,同时不断轻敲柱壁,直至填到离柱出口0.5 cm处为止。将漏斗移至色谱柱的入口,在出口端塞一小团经硅烷化处理的玻璃棉,通过橡皮管连接到真空泵上,开启真空泵,继续缓缓加入填充物,并不断轻敲柱壁,使其填充的均匀紧密。填充完毕,在入口端也塞一小团玻璃棉,并适当压紧,以保持柱内填充物不被移动。

4.3.4.3 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15 mL/min的流量通入载气,分阶段升温至230 $^{\circ}\text{C}$,并在此温度下老化24 h。

4.3.5 气相色谱操作条件

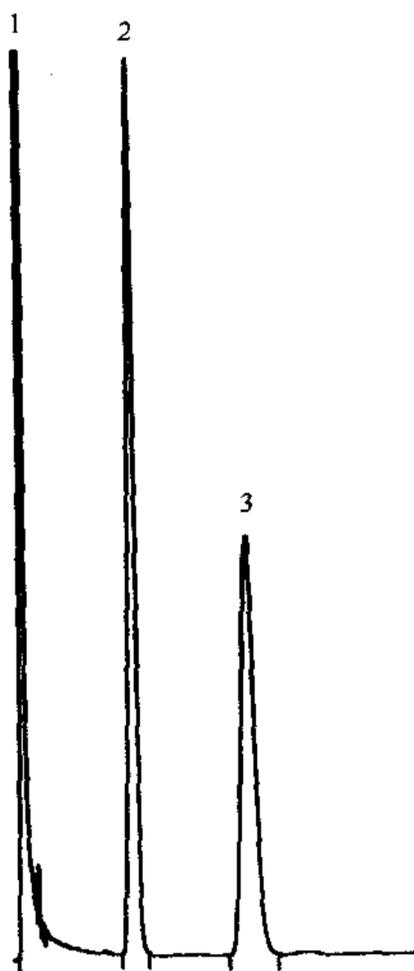
温度($^{\circ}\text{C}$):柱室174,气化室205,检测器室275。

气体流速(mL/min):载气(N_2)50,氢气35,空气350。

进样量(μL):1.0。

保留时间(min):氟乐灵5.7,内标物11.4。

上述操作参数是典型的,可根据不同仪器特点,对给定操作参数作适当调整,以期获得最佳效果。氟乐灵乳油的气相色谱图见图2。



1—溶剂;2—氟乐灵;3—内标物
图2 氟乐灵乳油的气相色谱图

4.3.6 测定步骤

4.3.6.1 标样溶液的配制

称取氟乐灵标样 0.05 g(精确至 0.000 2 g),置于具塞的玻璃瓶中,用移液管准确加入 10 mL 内标溶液,摇匀。

4.3.6.2 试样溶液的配制

称取含氟乐灵约 0.05 g(精确至 0.000 2 g)的试样,置于具塞的玻璃瓶中,用与 4.3.6.1 中使用的同一支移液管准确加入 10 mL 内标溶液,摇匀。

4.3.6.3 测定

在上述操作条件下,待仪器基线稳定后,连续注入数针标样溶液,计算各针相对响应值的重复性,待相邻两针的相对响应值变化小于 1%时,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。

4.3.6.4 密度的测定

按 GB/T 4472—1984 中 2.3“液体的密度测定”进行。

4.3.7 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氟乐灵与内标物峰面积之比,分别进行平均。氟乐灵的质量分数 w_1 (%)按式(1)计算,以 g/100 mL 表示的氟乐灵的质量浓度 ρ_1 按式(2)计算:

$$w_1 = \frac{r_2 m_1 P}{r_1 m_2} \dots\dots\dots (1)$$

$$\rho_1 = \frac{r_2 m_1 P}{r_1 m_2} \cdot \rho \dots\dots\dots (2)$$

式中:

r_1 ——标样溶液中,氟乐灵与内标物峰面积比的平均值;

r_2 ——试样溶液中,氟乐灵与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——氟乐灵标样的质量,单位为克(g);

m_2 ——试样的质量,单位为克(g);

P ——标样中氟乐灵的质量分数,以%表示;

ρ ——氟乐灵乳油的密度(20℃),单位为克每毫升(g/mL)。

4.3.8 允许差

两次平行测定结果之差,应不大于1.0%,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“化学滴定法(卡尔·费休法)”进行。允许使用精度相当的微量水分测定仪测定。

4.5 pH值的测定

按GB/T 1601进行。

4.6 乳液稳定性试验

将试样稀释200倍,再按GB/T 1603进行。试验结果,上无浮油、下无沉油和沉淀为合格。

4.7 低温稳定性试验

4.7.1 方法提要

试样在 $0^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 保持1h,记录有无固体和油状物析出。继续在 $0^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 贮存7d,离心,将固体析出物沉降,记录其体积。

4.7.2 仪器

制冷器:保持 $0^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

离心管:100 mL,管底刻度精度至0.05 mL。

离心机:与离心管配套。

4.7.3 试验步骤

取100 mL ± 1.0 mL样品加入离心管中,在制冷器中冷却至 $0^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$,让离心管及内容物在 $0^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 保持1h,其间每隔15 min搅拌一次,每次15 s,检查并记录有无固体物或油状物析出。将离心管放回制冷器在 $0^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 继续放置7d。7d后,将离心管取出,在室温(不超 20°C)下静置3h,离心分离15 min(管子顶部相对离心力为500 g~600 g,g为重力加速度)。记录管子底部析出物的体积(精确至0.05 mL)。析出物不超过0.3 mL为合格。

4.8 热贮稳定性试验

4.8.1 仪器

恒温箱(或恒温水浴): $54^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

安瓿(或 54°C 仍能密封的具塞瓶):50 mL。

医用注射器,50 mL。

4.8.2 测定步骤

用注射器将约30 mL乳油试样,注入干净的安瓿(或玻璃瓶)中,(避免试样接触瓶颈),置此安瓿于冰盐浴中至冷,用高温火焰迅速封口(避免溶剂挥发),封二瓶,分别称量。将封好的安瓿置于金属容器内,再将金属容器放入恒温箱(或水浴)中,放置14 d。取出冷却至室温,将安瓿外部擦净后分别称量,质量未发生变化的试样,于24 h内,对氟乐灵质量分数和乳液稳定性进行检验,检验结果应符合3.2的要求。

4.9 产品的检验与验收

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 氟乐灵乳油的标志、标签和包装,应符合GB 4838的规定。

5.2 氟乐灵乳油应用带有内塞及外盖的棕色玻璃瓶或聚酯瓶包装,每瓶净含量为100 g、450 g、500 g等;外包装用钙塑箱或瓦楞纸箱,每箱净含量应不超过10 kg。

- 5.3 根据用户要求或订货协议,可以采用其他形式的包装,但要符合 GB 4838 的规定。
 - 5.4 包装件应贮存在通风、干燥的库房中。
 - 5.5 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。
 - 5.6 安全:氟乐灵乳油毒性属低毒。使用本品应带防护手套。喷雾时要顺风方向进行,防止口鼻吸入;如皮肤或身体裸露部位接触本品后,应及时用肥皂和水洗净;发生中毒现象应及时请医生诊治。
 - 5.7 保证期:在规定的贮运条件下,氟乐灵乳油的保证期,从生产日期算起为二年。
-