

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG 2161—91

三环唑可湿性粉剂

1991-11-18 发布

1992-05-01 实施

中华人民共和国化学工业部 发布

三环唑可湿性粉剂

1 主题内容与适用范围

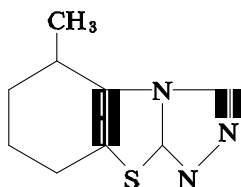
本标准规定了 20%三环唑可湿性粉剂的技术条件、检验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存要求。

本标准适用于三环唑原药与填充剂、助剂经加工而成的三环唑可湿性粉剂。

有效成分：三环唑。

化学名称：5-甲基-1,2,4-三唑并(3,4-b)苯并噻唑。

结构式：



分子式： $C_9H_7N_3S$

相对分子质量：189.24(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：灰色或浅黄至棕黄色疏松粉末。

3.2 三环唑可湿性粉剂还应符合下列指标要求：

项 目	指 标
三环唑含量, % (m/m)	20.0±0.5
细度(通过 45μm 筛), % (m/m) ≥	95
润湿时间, min ≤	1
悬浮率, % (m/m) ≥	70
pH 值	6.0~8.0

4 检验方法

4.1 三环唑含量的测定

4.1.1 方法提要

样品用三氯甲烷萃取,离心分离,以正二十四烷作内标物,用 SE-30/Gas Chrom Q 为填充物的色谱柱,对三环唑进行分离和定量。

4.1.2 试剂和溶液

三环唑标准样品:已知含量, $\geq 99.0\%(m/m)$;

内标物:正二十四烷(无干扰分析的杂质);

三氯甲烷(GB 682);

固定液:SE-30;

载体:Gas Chrom Q 或 Chromosorb W-HP,180~250 μ m(60~80 目);

内标溶液:用三氯甲烷配成含正二十四烷 12g/L 的溶液。

4.1.3 仪器

气相色谱仪:氢火焰离子化检测器;

色谱柱:长 1m,内径 3mm 的玻璃柱,内装 7%SE-30/Gas Chrom Q(或 Chromosorb W-HP),180~250 μ m 填充物;

微量进样器:10 μ L;

离心机:带 50mL 离心管。

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

称取约 0.28g SE-30 于 250mL 烧杯中,加入约 25mL 三氯甲烷(以溶剂恰好浸没载体为宜),搅拌使之完全溶解,将已称好的约 4g 载体一次倒入上述烧杯中,轻轻摇动,使之混合均匀,待稍干后,倒入培养皿中,置于红外灯下,使溶剂挥发近干,再置于 100℃烘箱中,干燥 2h。

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玻璃漏斗,出口端塞适量经硅烷化处理的玻璃棉并裹以干净纱布后,用洁净橡皮管与真空泵相连。开启真空泵,由漏斗处分次倒入填充物,同时不断轻敲柱壁,使填充物紧密均匀地装满色谱柱,然后在柱入口端塞入一小团经硅烷化处理的玻璃棉,并适当压紧。

4.1.4.1.3 色谱柱的老化

将色谱柱入口端与汽化室相连,出口端暂不接检测器,以约 15mL/min 的氮气流速,分阶段升温至 280℃,并在此温度下,至少老化 48h。降温后将柱出口端与检测器相连。

4.1.4.2 气相色谱操作条件

温度:

柱室 240℃;

汽化室 290℃;

检测器 290℃。

气体流速:

载气(N₂) 30mL/min;

氢气 50mL/min;

空气 500mL/min。

记录仪纸速:4mm/min。

进样量

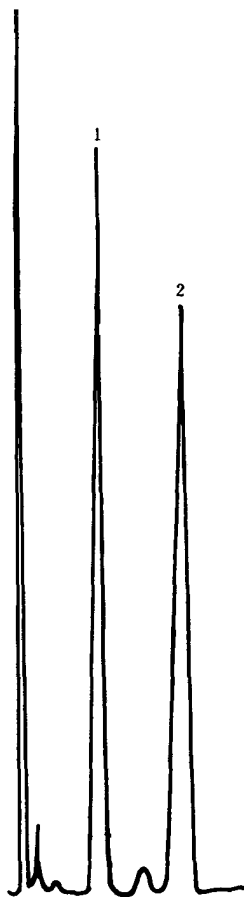
2 μ L。

保留时间：

三环唑约 3min；

二十四烷约 6min。

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。



三环唑可湿性粉剂气相色谱图

1—三环唑；2—正二十四烷

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

称取三环唑标准样品 0.125g(精确至 0.000 2g)，置于 25mL 容量瓶中，用移液管加入 10mL 内标溶液，补加三氯甲烷至刻度，摇匀。

4.1.4.3.2 试样溶液

称取约含 0.125g 三环唑的试样(精确至 0.000 2g)于 50mL 离心管中，用移液管加入 10mL 内标溶液，再加入 15mL 三氯甲烷，充分摇匀，离心分离，取上层清液。

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 2 μ L 三环唑标样溶液，直到相邻两次进样的三环唑与内标物峰面积比的变化小于 1%为止。然后按下列顺序进行分析：

- 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 四针的色谱图，分别求出 a、d 二针和 b、c 二针三环唑和内标物峰面积比的平均值。三环唑的质量百分含量 X_1 按式(1)计算：

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

式中： $\bar{r}_1$ ——b、c 二针试样溶液三环唑与内标物峰面积比的平均值；

$\bar{r}_2$ ——a、d 二针标样溶液三环唑与内标物峰面积比的平均值；

m_1 ——试样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

P ——标样的百分含量，%(m/m)。

4.1.5 允许差

本标准二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 计法测定。

4.3 润湿时间的测定

按 GB 5451 中的方法测定。

4.4 细度的测定

按 HG 2—896 中的方法测定。

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，在规定的条件下，测定底部 1/10 悬浮液中三环唑的含量，计算试样的悬浮率。

4.5.2 试剂

标准硬水：342ppm，按 GB 5451 中的规定配制。

4.5.3 仪器

具塞量筒：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，内径约为 5mm，在一端尖处有 2~3mm 的孔，管的另一端连接在相应的抽气源上；

玻璃恒温水浴：30±1℃；

秒表。

4.5.4 测定步骤

称取约含 0.13g 三环唑的试样，置于 100mL 烧杯中，加入 5~10mL 标准硬水，旋摇烧杯，待试样自行润湿后，边搅拌边滴加 50mL 标准硬水(30±1℃)，将该悬浮液在同一温度下的水浴中放置 13min。然后用 30±1℃ 的标准硬水将其全部洗入 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，再垂直放入无振动的恒温水浴中，打开塞子，放置 30min。用吸管在 10~15s 内将内容物的 9/10(即 225mL)悬浮液移出，不要摇动或搅起量筒内的沉降物，确保吸管的顶端总是在液面下几毫米处。用长吸管吸取余下的 1/10(25mL)悬浮液于 50mL 离心管中，用 10mL 水分三次冲洗量筒底部(避免将量筒上部壁上粘着物洗入)，一并转入离心管中，用移液管加入 10mL 内标溶液，15mL 三氯甲烷，

用玻璃棒搅匀,进行离心分离,取有机相,按 4.1.4.4 条中规定的步骤测定三环唑的含量。

4.5.5 计算

先计算出剩余 1/10 悬浮液中含有三环唑的质量。

以质量百分数表示的三环唑可湿性粉剂的悬浮率 X_2 按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times \frac{10}{9} \times 100 \dots \dots \dots (2)$$

式中: m_1 ——配制悬浮液所称试样中三环唑的质量,g;

m_2 ——量筒中剩余 1/10 悬浮液中三环唑的质量,g。

4.5.6 允许差

本方法二次平行测定结果之差应不大于 5.0%。

5 检验规则

5.1 三环唑可湿性粉剂应由生产厂的质量监督检验部门进行检验。生产厂应保证所有出厂的三环唑可湿性粉剂都符合本标准要求,每批出厂的三环唑可湿性粉剂,都应附有一定格式的质量证明书。

5.2 使用单位有权按照本标准的各项规定,对所收到的三环唑可湿性粉剂的质量,检验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;将所取样品混合均匀后装入两个清洁、干燥带磨口塞的玻璃瓶中,瓶上粘贴标签,注明生产厂名称、产品名称、批号,取样日期,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,如有的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,则整批三环唑可湿性粉剂为不合格。

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。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 三环唑可湿性粉剂的标志和包装应符合 GB 3796 中的有关规定。

6.2 三环唑可湿性粉剂用 80g 牛皮纸袋装,外套密封塑料薄膜袋,每小袋净重 200g 或 500g。将一定数量的小袋紧密排列在钙塑箱或铁桶中,每箱(桶)净重不超过 25kg(也可根据用户要求,采用其他形式的包装)。

6.3 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。

6.4 本产品的保质期为 2 年,在保质期内,除悬浮率允许降至 65%外,其他各项指标仍应符合标准要求。

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归口。

本标准由沈阳化工研究院、湖南农药厂负责起草。

本标准主要起草人楼少巍、高晓晖、徐范、邹伯良、姚家纫、文美蓉。