

中华人民共和国国家标准

GB 28144—2011

吡虫啉悬浮剂

Imidacloprid aqueous suspension concentrate

2011-12-30 发布

2012-04-15 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。

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准使用重新起草法修改采用 FAO 规格 582/SC(May 2006)《吡虫啉悬浮剂》。

本标准与 FAO 规格 582/SC(May 2006)《吡虫啉悬浮剂》的主要技术差异及原因如下:

——本标准规定持久起泡性(1 min 后) ≤ 25 mL,FAO 规格规定持久起泡性(1 min 后) ≤ 40 mL;

——本标准规定细度(通过 75 μm 试验筛)为 $\geq 98\%$,FAO 规格规定细度为 $\geq 99.9\%$ 。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利,本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

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/TC 133)归口。

本标准负责起草单位:沈阳化工研究院有限公司。

本标准参加起草单位:江苏克胜集团股份有限公司、陕西标正作物科学有限公司、上海悦联化工有限公司、南京红太阳股份有限公司、浙江海正化工股份有限公司、江苏长青农化股份有限公司、青岛海利尔药业有限公司。

本标准主要起草人:侯春青、胥艳坤、吴伟、赵军、虞祥发、刘奎涛、王天胜、吉瑞香、李学臣、王春玲。

吡虫啉悬浮剂

1 范围

本标准规定了吡虫啉悬浮剂的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运和保证期。
本标准适用于由吡虫啉原药、助剂和填料加工而成的吡虫啉悬浮剂。
注：吡虫啉的其他名称、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、相对密度测定通则
- GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987,MOD)
- GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 14825—2006 农药悬浮率测定方法
- GB/T 16150 农药粉剂、可湿性粉剂细度测定方法
- 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

3 要求

3.1 组成和外观

本品应由符合标准的吡虫啉原药、助剂和填料加工制成，应是可流动的、易测量体积的悬浮液体，存放过程中可能出现沉淀，但经手摇动，应恢复原状，不应有结块。

3.2 技术指标

吡虫啉悬浮剂应符合表 1 要求。

表 1 吡虫啉悬浮剂控制项目指标

项 目	指 标		
	350 g/L	480 g/L	600 g/L
吡虫啉质量分数/% 或质量浓度*/(g/L)(20 ℃)	31.0 $\pm^{+1.5}_{-1.5}$	40.0 $\pm^{+2.0}_{-2.0}$	47.0 $\pm^{+2.3}_{-2.3}$
	350 $\pm^{+17}_{-17}$	480 $\pm^{+24}_{-24}$	600 $\pm^{+25}_{-25}$

表 1 (续)

项 目			指 标		
			350 g/L	480 g/L	600 g/L
pH 值范围			6.0~9.0		
悬浮率/% 					

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 中规定的三级水。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中的 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 600 mL。

4.3 鉴别试验

液相色谱法——本鉴别试验可与吡虫啉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吡虫啉的色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

4.4 吡虫啉质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样用流动相溶解,以甲醇+水为流动相,使用以 C₁₈ 为填料的不锈钢柱和紫外检测器,在波长 260 nm 下,对试样中的吡虫啉进行反相高效液相色谱分离和测定,外标法定量。

4.4.2 试剂和溶液

- 甲醇:色谱级;
- 水:新蒸二次蒸馏水;

吡虫啉标样:已知质量分数 $w \geq 99.0\%$ 。

4.4.3 仪器

- 高效液相色谱仪:具有可变波长紫外检测器;
- 色谱数据处理机或色谱工作站;
- 色谱柱:250 mm × 4.6 mm(i. d.)不锈钢柱,内装 C_{18} 、5 μm 填充物(或具同等效果的色谱柱);
- 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: $\Psi(\text{甲醇}:\text{水})=40:60$,经滤膜过滤,并进行脱气;
- 流速:0.8 mL/ min;
- 柱温:室温(温差变化应不大于 2 $^{\circ}\text{C}$);
- 检测波长:260 nm;
- 进样体积:5 μL ;
- 保留时间:吡虫啉约 6.0 min。

上述操作参数是典型的,可根据不同仪器特点,对给定的操作参数作适当调整,以期获得最佳效果。
典型的吡虫啉悬浮剂高效液相色谱图见图 1。

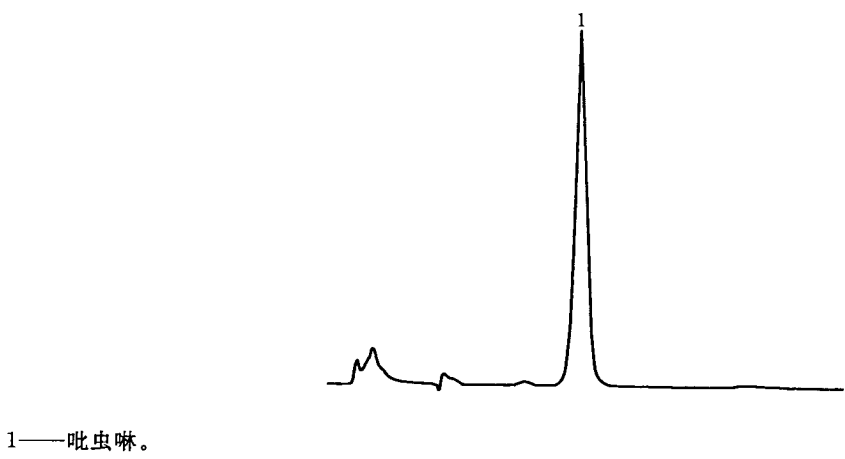


图 1 吡虫啉悬浮剂的高效液相色谱图

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的制备

称取 0.1 g(精确至 0.000 2 g)吡虫啉标样于 100 mL 容量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,超声波振荡 5 min 使试样溶解,冷却至室温,摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 于 50 mL 容量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的制备

称取含吡虫啉 0.1 g(精确至 0.000 2 g)的试样于 100 mL 容量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,超声波振荡 5 min 使试样溶解,冷却至室温,摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 于 50 mL 容量瓶中,用流动相稀释至刻度,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,直至相邻两针吡虫啉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吡虫啉峰面积分别进行平均。试样中吡虫啉的质量分数按式(1)计算,质量浓度按式(1')计算:

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

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

式中:

- w_1 ——试样中吡虫啉质量分数,以%表示;
- ρ_1 ——试样中吡虫啉质量浓度,以 g/L 表示;
- A_2 ——试样溶液中,吡虫啉峰面积的平均值;
- m_1 ——吡虫啉标样的质量,单位为克(g);
- w ——吡虫啉标样的质量分数,以%表示;
- A_1 ——标样溶液中,吡虫啉峰面积的平均值;
- m_2 ——试样的质量,单位为克(g);
- ρ ——20℃时试样的密度,单位为克每毫升(g/mL)(按 GB/T 4472 进行测定)。

4.4.6 允许差

吡虫啉质量分数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。吡虫啉质量浓度两次平行测定结果之差应不大于 10 g/L,取其算术平均值作为测定结果。

4.5 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.6 悬浮率的测定

按 GB/T 14825—2006 中 4.2 进行。称取含吡虫啉 0.1 g 的试样(精确至 0.000 2 g),将剩余的1/10 悬浮液及沉淀物转移至 100 mL 容量瓶中,用 60 mL 甲醇分 3 次将 25 mL 的剩余物全部洗入100 mL 容量瓶中,在超声波下振荡 5 min,恢复至室温,定容,摇匀,过滤后,按 4.4 测定吡虫啉的质量,计算其悬浮率。

4.7 湿筛试验

按 GB/T 16150 中的“湿筛法”进行。

4.8 倾倒性的测定

4.8.1 方法提要

将置于容器中的悬浮剂试样放置一定时间后,按照规定程序进行倾倒,测定滞留在容器内试样的量;将容器用水洗涤后,再测定容器内的量。

4.8.2 仪器

具磨口塞量筒:500 mL±2 mL;量筒高度 39 cm,上、下刻度间距离 25 mL(或相当的适用于测定倾倒性的其他容器)。

4.8.3 试验步骤

混合好足量试样,及时将其中的一部分置于已经称量的量筒中(包括塞子)(精确至 0.01 g),装到量筒的 8/10 处,塞紧磨口塞,放置 24 h。打开塞子,将量筒由直立位置旋转 135°倾倒 60 s,再倒置 60 s,重新称量量筒和塞子(精确至 0.01 g)。

将相当于 80%量筒体积的水(20℃)倒入量筒中,塞紧磨口塞,将量筒颠倒 10 次后,按上述操作倾倒内容物,称量量筒和塞子(精确至 0.01 g)。

4.8.4 计算

试样倾倒后的残余物的质量分数和洗涤后的残余物的质量分数分别按式(2)和式(3)计算:

$$w_2 = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

$$w_3 = \frac{m_3 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- w_2 ——试样倾倒后的残余物的质量分数,以%表示;
- w_3 ——试样洗涤后的残余物的质量分数,以%表示;
- m_2 ——倾倒后,量筒、磨口塞和残余物的质量,单位为克(g);
- m_0 ——量筒、磨口塞恒重后的质量,单位为克(g);
- m_1 ——量筒、磨口塞和试样的质量,单位为克(g);
- m_3 ——洗涤后,量筒、磨口塞和残余物的质量,单位为克(g)。

4.9 持久起泡性的测定

4.9.1 方法提要

将规定量的试样与标准硬水混合,静置后记录泡沫体积。

4.9.2 试剂

标准硬水: $\rho(\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}) = 342 \text{ mg/L}$,pH=6.0~7.0,按 GB/T 14825—2006 配制。

4.9.3 仪器和器具

具塞量筒:250 mL(分度值 2 mL,0~250 mL 刻度线 20 cm~21.5 cm,250 mL 刻度线到塞子底部 4 cm~6 cm);

工业天平:感量 0.1 g。

4.9.4 测定步骤

在量筒中加入 180 mL 标准硬水,在量筒中称入试样 1.0 g(精确至 0.1 g),加标准硬水至距离量筒塞底部 9 cm 的刻度线处,盖上塞子,以量筒底部为中心,上下颠倒 30 次(每次 2 s)。放在试验台上静置 1 min,记录泡沫体积。

4.10 低温稳定性试验

按 GB/T 19137 中“悬浮制剂”进行,悬浮率和湿筛试验仍符合标准要求为合格。

4.11 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136 中“其他制剂”进行。热贮后吡虫啉质量分数应不低于贮前的 90%,悬浮率仍符合标准要求为合格。

4.12 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、包装

吡虫啉悬浮剂应用聚酯瓶包装,每瓶净含量一般为 50 g、100 g、250 g、400 g。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

吡虫啉悬浮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

本品属低毒制剂。可经皮肤渗入。使用本品时要避免与皮肤接触,施药后应用肥皂和清水冲洗。中毒者应立即送医院对症治疗。

5.4 保证期

在规定的贮运条件下,吡虫啉悬浮剂的保证期,从生产日期起为两年。

附 录 A
(资料性附录)

吡虫啉的其他名称、结构式和基本物化参数

本产品有效成分吡虫啉的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

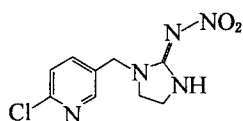
ISO 通用名称: Imidacloprid

CAS 登录号: 138261-41-3

CIPAC 数字代码: 582

化学名称: 1-(6-氯-3-吡啶基甲基)-N-硝基亚咪唑烷-2-基胺

结构式:



实验式: $C_9H_{10}ClN_5O_2$

相对分子质量: 255.7

生物活性: 杀虫

熔点: 144 °C

蒸气压(20 °C): 4×10^{-7} mPa

溶解度(20 °C, g/L): 水中 0.61, 甲苯中 0.68, 二氯甲烷中 55, 异丙醇中 1.2, 正己烷中小于 0.1

稳定性: pH 值 5~11 时稳定, 不易水解。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
吡 虫 啉 悬 浮 剂
GB 28144—2011

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 15 千字
2012年3月第一版 2012年3月第一次印刷

*

书号: 155066·1-44687 定价 16.00 元



GB 28144—2011

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107