



中华人民共和国国家标准

GB 28149—2011

氯磺隆可湿性粉剂

Chlorsulfuron wettable powders

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 391/WP(2003)《氯磺隆可湿性粉剂》。

本标准与 FAO 规格 391/WP(2003)《氯磺隆可湿性粉剂》的主要技术差异及原因如下:

——本标准规定悬浮率 $\geq 85\%$,FAO 规格规定 $\geq 60\%$,严于 FAO 规格;

——FAO 规格未控制水分指标,本标准规定水质量分数 $\leq 2.5\%$,控制水分,防止结块。

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:江苏省激素研究所股份有限公司、沈阳丰收农药有限公司。

本标准主要起草人:姜敏怡、邢君、孔繁蕾、汪洋。

氯磺隆可湿性粉剂

1 范围

本标准规定了氯磺隆可湿性粉剂的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运和保证期。
本标准适用于由氯磺隆原药、适宜的助剂和填料加工而成的氯磺隆可湿性粉剂。
注：氯磺隆的其他名称、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 1600 农药水分测定方法
- 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 5451 农药可湿性粉剂润湿性测定方法
- 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

3 要求

3.1 组成和外观

本品应由符合标准的氯磺隆原药与适宜的助剂和填料加工制成，为均匀的疏松粉末，不应有团块。

3.2 技术指标

氯磺隆可湿性粉剂还应符合表 1 要求。

表 1 氯磺隆可湿性粉剂控制项目指标

项 目	指 标		
	10%	20%	25%
氯磺隆质量分数/%	10.0 ^{+1.0} _{-1.0}	20.0 ^{+1.2} _{-1.2}	25.0 ^{+1.5} _{-1.5}
水分质量分数/%	≤ 2.5		
pH 值范围	6.0~9.0		

表 1 (续)

项 目	指 标		
	10%	20%	25%
润湿时间/s	≤	60	
细度(通过 44 μm 试验筛)/%	≥	98	
悬浮率/%	≥	85	
热贮稳定性试验*		合格	
* 正常生产时,热贮稳定性试验每三个月至少测定一次。			

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 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“商品固体制剂采样”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 300 g。

4.3 鉴别试验

液相色谱法——本鉴别试验可与氯磺隆质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中某个色谱峰的保留时间与标样溶液中氯磺隆的色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

4.4 氯磺隆质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样用氨水甲醇溶液溶解,以乙腈+水+冰乙酸为流动相,使用以 Nova-Pak C₁₈为填料的不锈钢柱和紫外检测器(230 nm),对试样中的氯磺隆进行高效液相色谱分离和测定。

4.4.2 试剂和溶液

- 甲醇:色谱纯;
- 乙腈:色谱纯;
- 冰乙酸;
- 水:新蒸二次蒸馏水;
- 氨水: $w(\text{NH}_3)=26\%\sim30\%$;
- 氨水溶液: $\Psi(\text{氨水:水})=1:300$;

氨水甲醇溶液: $\Psi(\text{氨水溶液} : \text{甲醇}) = 1 : 4$;
氯磺隆标样: 已知氯磺隆质量分数 $w \geq 98.0\%$ 。

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;
色谱柱: $150\text{ mm} \times 3.9\text{ mm (i. d.)}$ 不锈钢柱, 内装 Nova-Pak C_{18} 填充物 (或同等效果的色谱柱);
过滤器: 滤膜孔径约 $0.45\text{ }\mu\text{m}$;
微量进样器: $50\text{ }\mu\text{L}$;
定量进样管: $5\text{ }\mu\text{L}$;
超声波清洗器。

4.4.4 高效液相色谱操作条件

流动相: $\Psi(\text{CH}_3\text{CN} : \text{H}_2\text{O} : \text{CH}_3\text{COOH}) = 40 : 60 : 0.5$;
流速: 1.0 mL/min ;
柱温: 室温 (温差变化应不大于 $2\text{ }^\circ\text{C}$);
检测波长: 230 nm ;
进样体积: $5\text{ }\mu\text{L}$;
保留时间: 氯磺隆约 4.3 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。
典型的氯磺隆可湿性粉剂高效液相色谱图见图 1。

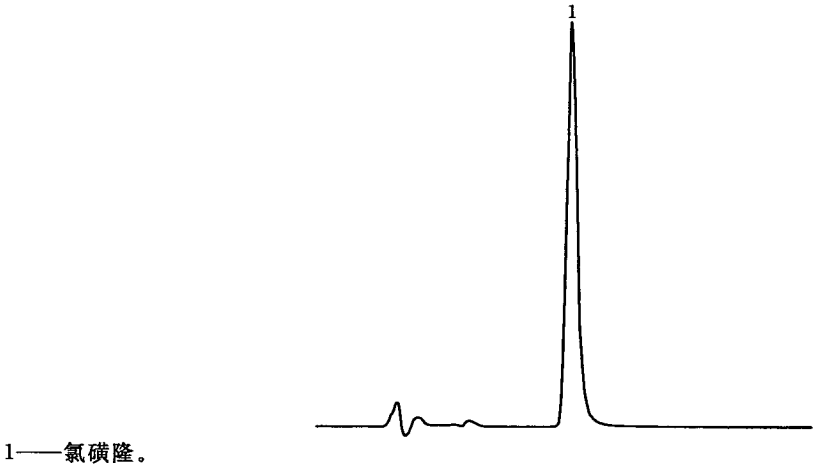


图 1 氯磺隆可湿性粉剂的高效液相色谱图

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的制备

称取 0.05 g 氯磺隆标样 (精确至 0.0001 g), 置于 100 mL 容量瓶中, 用氨水甲醇溶液稀释至刻度, 超声波振荡 5 min 使试样溶解, 冷却至室温, 摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的制备

称取含氯磺隆 0.05 g 的试样 (精确至 0.0001 g), 置于 100 mL 容量瓶中, 用氨水甲醇溶液稀释至

刻度,超声波振荡 5 min 使试样溶解,冷却至室温,摇匀,过滤。

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,直至相邻两针氯磺隆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。

4.4.6 计算

试样中氯磺隆的质量分数按式(1)计算:

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

式中:

- w_1 ——试样中氯磺隆质量分数,以%表示;
- A_2 ——试样溶液中,氯磺隆峰面积的平均值;
- m_1 ——标样的质量,单位为克(g);
- w ——氯磺隆标样的质量分数,以%表示;
- A_1 ——标样溶液中,氯磺隆峰面积的平均值;
- m_2 ——试样的质量,单位为克(g)。

4.4.7 允许差

氯磺隆质量分数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。

4.5 水分的测定

按 GB/T 1600 中的“共沸蒸馏法”进行。

4.6 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.7 悬浮率的测定

按 GB/T 14825—2006 中 4.1 进行。称取含氯磺隆 0.2 g 的试样(精确至 0.000 1g),将量筒底部 25 mL 悬浮液全部转移至 100 mL 容量瓶中,用氨水甲醇溶液定容至刻度,在超声波下振荡 3 min,静置,过滤后,按 4.4 测定氯磺隆的质量,计算其悬浮率。

4.8 润湿时间的测定

按 GB/T 5451 进行。

4.9 细度的测定

按 GB/T 16150 中的“湿筛法”进行。

4.10 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136 中“固体制剂”进行。热贮后氯磺隆质量分数应不低于贮前平均含量的 97%,悬浮率应符合标准要求为合格。

4.11 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、保证期

5.1 标志、标签、包装

氯磺隆可湿性粉剂的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定；氯磺隆可湿性粉剂应用镀铝塑料袋或复合铝膜袋包装。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

氯磺隆可湿性粉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

本品属低毒磺酰脲类除草剂。吞噬和吸入均有毒，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

保证期：在规定的贮运条件下，氯磺隆可湿性粉剂的保证期，从生产日期起为两年。

附 录 A
(资料性附录)

氯磺隆的其他名称、结构式和基本物化参数

本产品有效成分氯磺隆的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

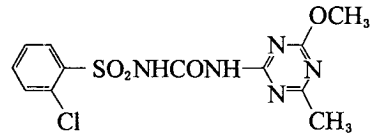
ISO 通用名称:Chlorsulfuron

CAS 登录号:64902-72-3

CIPAC 数字代码:391

化学名称:1-(2-氯苯磺酰基)-3-(4-甲氧基-6-甲基-1,3,5-三嗪-2-基)脲

结构式:



实验式: $C_{12}H_{12}ClN_5O_4S$

相对分子质量:357.8

生物活性:除草

熔点:约 174 °C~178 °C

蒸气压(25 °C):3 nPa

溶解度(22 °C,g/L):丙酮 57;二氯甲烷 102;甲醇 14;甲苯 3;己烷 0.01;水中 0.1~0.125(25 °C, pH4.1)、0.3(25 °C, pH5)

稳定性:在干燥的情况下,对光稳定;在土壤中,因水解和微生物降解而破坏;土壤中半衰期为 150 d~160 d。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
氯磺隆可湿性粉剂
GB 28149—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

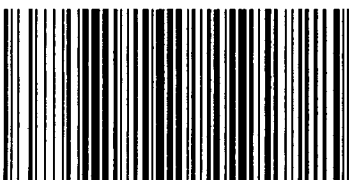
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 13 千字
2012年3月第一版 2012年3月第一次印刷

*

书号: 155066·1-44692 定价 16.00 元

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



GB 28149-2011