



中华人民共和国国家标准

GB 28155—2011

烟嘧磺隆可分散油悬浮剂

Nicosulfuron oil-based suspension concentrates

自2017年3月23日起，本标准转为推荐性标准，编号改为GB/T 28155-2011。

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

根据中华人民共和国国家标准公告(2017年第7号)和强制性标准整合精简结论,本标准自2017年3月23日起,转为推荐性标准,不再强制执行。

GB 28155—2011

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。

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:合肥星宇化学有限责任公司、安徽丰乐农化有限责任公司、江苏长青农化股份有限公司、山东京博农化有限公司、新沂中凯农用化工有限公司、江苏省激素研究所股份有限公司、江苏东宝农药化工有限公司、江苏瑞禾化学有限公司、江苏快达农化股份有限公司。

本标准主要起草人:于亮、邢君、王传品、王玉平、吉玉平、何少辉、王海艳、孔繁蕾、徐开云、虞国新、陈杰。

烟嘧磺隆可分散油悬浮剂

1 范围

本标准规定了烟嘧磺隆可分散油悬浮剂的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运、保证期。本标准适用于由烟嘧磺隆原药与适宜的助剂和填料加工制成的烟嘧磺隆可分散油悬浮剂。

注：烟嘧磺隆的其他名称、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 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烟嘧磺隆原药制成，为可流动性、易测体积类白色的悬浮液体，存放过程中可能出现沉淀，但经摇动后，应恢复原状，不应有结块。

3.2 技术指标

烟嘧磺隆可分散油悬浮剂还应符合表 1 要求。

表 1 烟嘧磺隆可分散油悬浮剂控制项目指标

项 目	指 标	
	40 g/L	100 g/L
烟嘧磺隆质量分数/% 或质量浓度 ^a (20 ℃)/(g/L)	4.1 ^{+0.4} _{-0.4}	10.0 ^{+1.0} _{-1.0}
	40 ⁺⁴ ₋₄	100 ⁺¹⁰ ₋₁₀

表 1 (续)

项 目		指 标	
		40 g/L	100 g/L
pH 值范围		3.0~7.0	
悬浮率/%	≥	90	
湿筛试验(通过 75 μm 试验筛)/%	≥	98	
持久起泡性(1 min 后泡沫量)/mL	≤	30	
分散稳定性		合格	
倾倒性 ^b /%	倾倒后残余物	≤	5.0
	洗涤后残余物	≤	0.8
热贮稳定性 ^b		合格	
低温稳定性 ^b		合格	
^a 当质量发生争议时,以质量分数为仲裁。 ^b 正常生产时,倾倒性、热贮稳定性试验、低温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“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

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

4.4 烟嘧磺隆质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样用乙腈溶解,以乙腈+水+冰乙酸为流动相,使用以 Symmetry C₁₈ 为填料的不锈钢柱和紫外检测器(240 nm),对试样中的烟嘧磺隆进行高效液相色谱分离和测定。

4.4.2 试剂和溶液

乙腈:色谱级;

水:新蒸二次蒸馏水;

冰乙酸;

氨水($\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$): $w(\text{NH}_3)=26\% \sim 30\%$;

氨水溶液: $\Psi(\text{H}_2\text{O}:\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O})=300:1$;

乙腈氨水溶液: $\Psi(\text{乙腈}:\text{氨水溶液})=50:50$;

烟嘧磺隆标样:已知质量分数 $w \geq 97.0\%$ (在 $105\text{ }^\circ\text{C}$ 下,烘干 1 h 后使用)。

4.4.3 仪器

高效液相色谱仪:具有可变波长紫外检测器;

色谱数据处理机或工作站;

色谱柱: $250\text{ mm} \times 4.6\text{ mm}$ (i. d.) 不锈钢柱,内装 Symmetry C_{18} , $5\text{ }\mu\text{m}$ 填充物;

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: $\Psi(\text{CH}_3\text{CN}:\text{H}_2\text{O})=40:60$,冰乙酸调 pH 值至 3.0 ;

流速: 1.0 mL/min ;

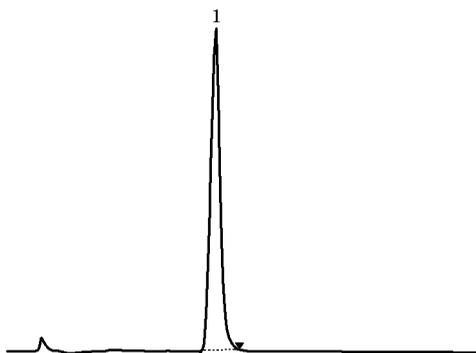
柱温:室温(温差变化应不大于 $2\text{ }^\circ\text{C}$);

检测波长: 240 nm ;

进样体积: $5\text{ }\mu\text{L}$;

保留时间:烟嘧磺隆约 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。典型的烟嘧磺隆可分散油悬浮剂高效液相色谱图见图 1。



1——烟嘧磺隆。

图 1 烟嘧磺隆可分散油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 0.05 g 烟嘧磺隆标样(精确至 0.0001 g),置于 50 mL 容量瓶中,加入 40 mL 乙腈氨水溶液,

超声波振荡 5 min 使试样溶解,冷却至室温,摇匀,用乙腈氨水稀释至刻度。用移液管移取上述溶液 10 mL 于 50 mL 容量瓶中,用乙腈氨水溶液稀释至刻度,摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的制备

称取含烟嘧磺隆 0.05 g 的试样(精确至 0.000 1 g),置于 50 mL 容量瓶中,加入 40 mL 乙腈氨水溶液,超声波振荡 5 min 使试样溶解,冷却至室温,摇匀,用乙腈氨水稀释至刻度。用移液管移取上述溶液 10 mL 于 50 mL 容量瓶中,用乙腈氨水溶液稀释至刻度,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,直至相邻两针烟嘧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

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中烟嘧磺隆峰面积分别进行平均。试样中烟嘧磺隆的质量分数 ω_1 按式(1)计算,质量浓度按式(1')计算:

$$\omega_1 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot \omega}{A_1 \cdot m_2} \dots\dots\dots(1)$$

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

式中:

- ω_1 ——烟嘧磺隆的质量分数,以%表示;
- A_2 ——试样溶液中,烟嘧磺隆峰面积的平均值;
- m_1 ——标样的质量,单位为克(g);
- ρ_1 ——烟嘧磺隆的质量浓度,单位为克每毫升(g/mL);
- ρ ——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);
- ω ——标样中烟嘧磺隆的质量分数,以%表示;
- A_1 ——标样溶液中,烟嘧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

烟嘧磺隆质量分数(质量浓度)两次平行测定结果之相对差应不大于 4%,取其算术平均值作为测定结果。

4.4.8 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.4.9 悬浮率的测定

按 GB/T 14825—2006 中 4.3 进行。称取含烟嘧磺隆 0.1 g 的试样(精确至 0.000 1 g),将剩余的 $\frac{1}{10}$ 悬浮液及沉淀物转移至 100 mL 容量瓶中,用 60 mL 乙腈氨水溶液分 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 测定烟嘧磺隆的质量,计算其悬浮率。

4.4.10 湿筛试验

按 GB/T 16150 中的“湿筛法”进行。

4.4.11 持久起泡性

4.4.11.1 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。

4.4.11.2 试剂

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

4.4.11.3 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。

4.4.11.4 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。

4.4.12 分散稳定性

4.4.12.1 方法提要

按规定浓度制备分散液,分别置于两刻度乳化管中,直立静置一段时间,再颠倒乳化管数次,观察最初、放置一定时间和重新分散后该分散液的分散性。

4.4.12.2 仪器与试剂

乳化管:锥形底硼硅玻璃离心管,长 15 cm,刻度至 100 mL;

橡胶塞:与乳化管配套,带有 80 mm 长玻璃排气管(外径 4.5 mm,内径 2.5 mm,见图 2);

刻度量筒:250 mL;

可调节灯:配 60 W 珍珠泡;

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

4.4.12.3 操作步骤

在室温下,分别向两个 250 mL 刻度量筒中加标准硬水至 240 mL 刻度线,用移液管向每个量筒中滴加试样 5 g(或其他规定数量),滴加时移液管尖端尽量贴近水面,但不要在水面之下。最后加标准硬水至刻度。配戴布手套,以量筒中部为轴心,上下颠倒 30 次,确保量筒中液体和地流动,不发生反冲,每次颠倒需 2 s(用秒表观察所用时间),用其中一个量筒做沉淀和乳膏试验,另一个量筒做再分散试验。

1) 最初分散性:观察分散液,记录沉淀、乳膏或浮油。

2) 放置一定时间后分散性:

沉淀体积的测定:

分散液制备好后,立即将 100 mL 分散液转移至乳化管中,盖上塞子,在室温下($23 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$)直立 30 min,用灯照亮乳化管,调整光线角度和位置,达到对两相界面的最佳观察,如果有沉淀(通常反射光比透射光更易观察到沉淀),记录沉淀体积(精确至 $\pm 0.05 \text{ mL}$)。

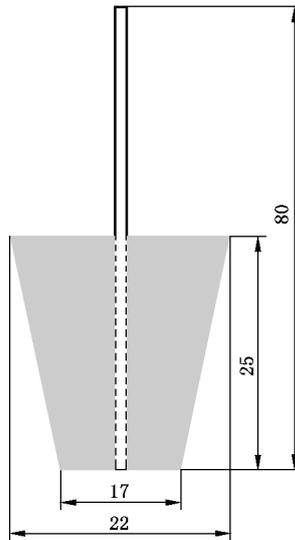


图 2 带有玻璃排气管的橡胶塞

顶部乳膏(或浮油)体积的测定:

分散液制备好后,立即将其倒入乳化管中,至离管顶端 1 mm,戴好保护手套,塞上带有排气管的橡胶塞,排除乳化管中所有空气,去掉溢出的分散液,将乳化管倒置,在室温下保持 30 min,没有液体从乳化管排出就不必密封玻璃管的开口端,记录已形成的乳膏或浮油的体积。测定乳化管总体积,并以式(2)校正测量出的乳膏或浮油的体积。

测量乳膏或浮油的体积时的校正因子,按式(2')计算:

$$F = \frac{100}{V_0} \dots\dots\dots (2)$$

$$V_{2'} = F \times V_2 \dots\dots\dots (2')$$

式中:

- F —— 乳化管总体积的校正因子;
- V_0 —— 乳化管总体积;
- $V_{2'}$ —— 测定沉淀体积和乳膏或浮油的体积;
- V_2 —— 测量的沉淀体积和乳膏或浮油的体积。

3) 重新分散性测定:

分散液制备好后,将第二只量筒在室温下静置 24 h,按前述方法颠倒量筒 30 次,将分散液加到另外的乳化管中,静置 30 min 后,按前述方法测定沉淀体积和乳膏或浮油的体积。

4.4.12.4 测定结果

最初分散性	分散完全
一定时间后分散性(30 min 后)	沉淀 ≤ 5 mL 乳膏或浮油 ≤ 3 mL
重新分散性(24 h 后)	沉淀 ≤ 1 mL 乳膏或浮油 ≤ 2 mL

测定结果符合上述要求为合格。

4.4.13 倾倒性的测定

4.4.13.1 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。

4.4.13.2 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)。

4.4.13.3 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 $\frac{8}{10}$ 处,塞紧磨口塞,放置确定的时间(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,第三次称量量筒和塞子(精确至 0.01 g)。

4.4.13.4 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(3)和式(4)计算:

$$\omega_3 = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

$$\omega_4 = \frac{m_3 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

ω_3 ——试样倾倒后的残余物的质量分数,以%表示;

ω_4 ——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)。

4.4.14 低温稳定性试验

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

4.4.15 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136 中“液体制剂”进行。热贮后(45℃±2℃)42 d 烟嘧磺隆质量分数应不低于贮前的 95%,悬浮率仍应符合标准要求为合格。

4.5 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。

5 标志、标签、包装、贮运、安全、保证期

5.1 标志、标签、包装

烟嘧磺隆可分散油悬浮剂用洁净、干燥的玻璃瓶或聚酯瓶包装,每瓶净含量为 10 mL(g)、50 mL(g)、500 mL(g),外用瓦楞纸箱包装,每箱净容量 4 L、10 L 或 100 L、200 L 大桶包装。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

烟嘧磺隆可分散油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

本品属中等毒性除草剂。吞噬和吸入均有毒,可经皮肤渗入。使用本品时要戴防护镜和胶皮手套穿必要的防护衣物。施药后应用肥皂和清水冲洗。误服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,烟嘧磺隆可分散油悬浮剂的保证期,从生产日期起为两年。

附 录 A
(资料性附录)

烟嘧磺隆的其他名称、结构式和基本物化参数

本产品有效成分烟嘧磺隆的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

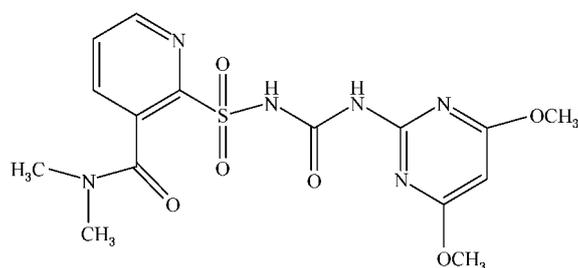
通用名称：烟嘧磺隆

ISO 通用名称：Nicosulfuron

CAS 登录号：111991-09-4

化学名称：2-(4,6-二甲氧基嘧啶-2-基氨基甲酰氨基磺酰)-N,N-二甲基烟酰胺

结构式：



实验式： $C_{15}H_{18}N_6O_6S$

相对分子质量：410.4

生物活性：除草剂

熔点：141 °C ~ 144 °C

蒸气压： 1.6×10^{-11} Pa (20 °C)

溶解度(25 °C, g/kg)：水 3.59 (pH=5 缓冲溶液)、12.2 (pH=7 缓冲溶液)、39.2 (pH=9 缓冲溶液)；丙酮 18；乙醇 4.5；氯仿、二甲基甲酰胺 64；乙腈 23；甲苯 0.37；正己烷 < 0.02；二氯甲烷 160

稳定性：水溶液在 25 °C 下的 DT_{50} 约 15 d (pH5)，在 pH7、pH9 下稳定。