

中华人民共和国国家标准

GB 23548—2009

噻吩磺隆可湿性粉剂

Thifensulfuron-methyl wettable powders

2009-04-27 发布

2009-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准的第3章和第5章为强制性的,其余为推荐性的。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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:农业部农药检定所。

本标准参加起草单位:安徽丰乐农化有限公司、江苏省激素研究所有限公司、江苏瑞邦农药厂。

本标准主要起草人:吴进龙、陈铁春、于荣、胡琴、王桂英、孔繁蕾、步康明。

噻吩磺隆可湿性粉剂

本产品有效成分噻吩磺隆的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

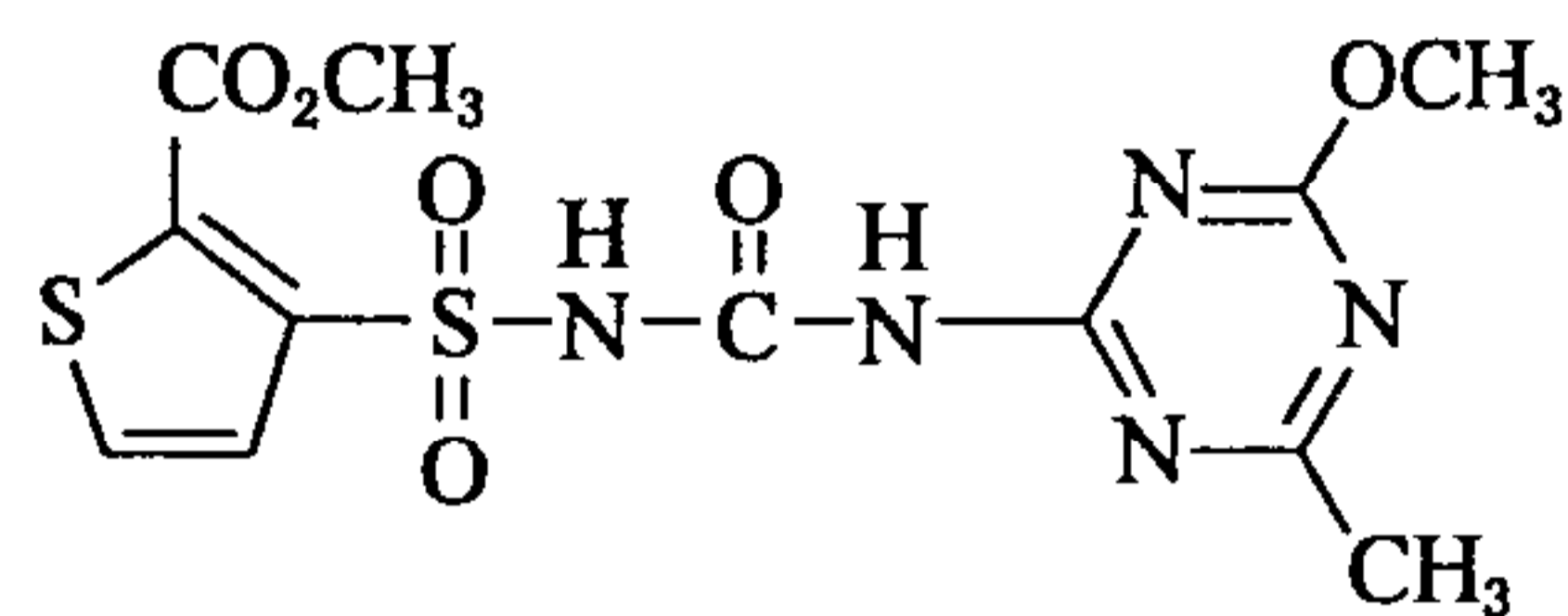
ISO 通用名称：thifensulfuron-methyl

CIPAC 数字代号：452

CA 登记号：79277-27-3

化学名称：3-(4-甲氧基-6-甲基-1,3,5-三嗪-2-基)-1-(2-甲氧基甲酰基噻吩-3-基)-磺酰脲

结构式：



实验式： $C_{12}H_{13}N_5O_6S_2$

相对分子质量：387.4(按 2005 年国际相对原子质量计)

生物活性：除草

熔点：176 °C(原药 171 °C)

蒸气压(25 °C)： 1.7×10^{-8} Pa

溶解度(g/L, 25 °C)：水中 0.223(pH5), 2.240(pH7), 8.830(pH9)；正己烷 < 0.1, 邻二甲苯 0.212, 乙酸乙酯 3.3, 甲醇 2.8, 乙腈 7.7, 丙酮 10.3, 二氯甲烷 23.8

稳定性：在中性、弱碱性水溶液中较稳定，在偏酸性水溶液中水解加速 DT_{50} 4-6 d(pH5)

1 范围

本标准规定了噻吩磺隆可湿性粉剂的要求、试验方法以及标志、标签、包装和贮运。

本标准适用于由噻吩磺隆原药与适宜的助剂和填料加工成的噻吩磺隆可湿性粉剂。

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 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 14825—2006 农药可湿性粉剂悬浮率测定方法

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噻吩磺隆原药与适宜的助剂和填料加工制成，应为均匀的疏松粉末，不应有团块。

3.2 技术指标

噻吩磺隆可湿性粉剂应符合表 1 要求。

表 1 噻吩磺隆可湿性粉剂控制项目指标

项 目	指 标	
噻吩磺隆质量分数/%	25.0 \pm 1.5	15.0 \pm 0.9
噻吩磺隆悬浮率/% \geq	75	
pH 值范围	6.0~9.0	
水分/% \leq	3.0	
润湿时间/s \leq	120	
细度(通过 45 μ m 试验筛)/% \geq	98	
热贮稳定性 ^a	合格	
^a 热贮稳定性试验,每 3 个月至少检验 1 次。		

4 试验方法

4.1 抽样

按照 GB/T 1605—2001“固体制剂采样”方法进行。用随机取样方法确定抽样的包装件,最终抽样量不应少于 300 g。

4.2 鉴别试验

高效液相色谱法——本鉴别试验可与噻吩磺隆含量测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中某一个色谱峰的保留时间与标样溶液中噻吩磺隆色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

当用以上方法对有效成分鉴别有疑问时,可采用其他有效方法进行鉴别。

4.3 噻吩磺隆质量分数的测定

4.3.1 方法提要

试样用乙腈溶解,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(250 nm),以外标法对试样中的噻吩磺隆进行反相高效液相色谱分离和测定。

4.3.2 试剂和溶液

甲醇:色谱级;

乙腈:色谱级;

磷酸:分析纯;

水:新蒸二次蒸馏水;

噻吩磺隆标样:已知质量分数 $w \geq 98.0\%$ 。

4.3.3 仪器

高效液相色谱仪:具有紫外可变波长检测器;

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 ZORBAX SB-C₁₈、5 μ m 填充物(或其他同等效果色谱柱);

过滤器:滤膜孔径约 0.45 μ m;

微量进样器:50 μ L;

定量进样管:5 μ L;

超声波清洗器。

4.3.4 高效液相色谱操作条件

流动相： φ (甲醇：水)=65：35，其中水用磷酸调 pH=3，经滤膜过滤，并进行脱气；

流动相流量：1.0 mL/min；

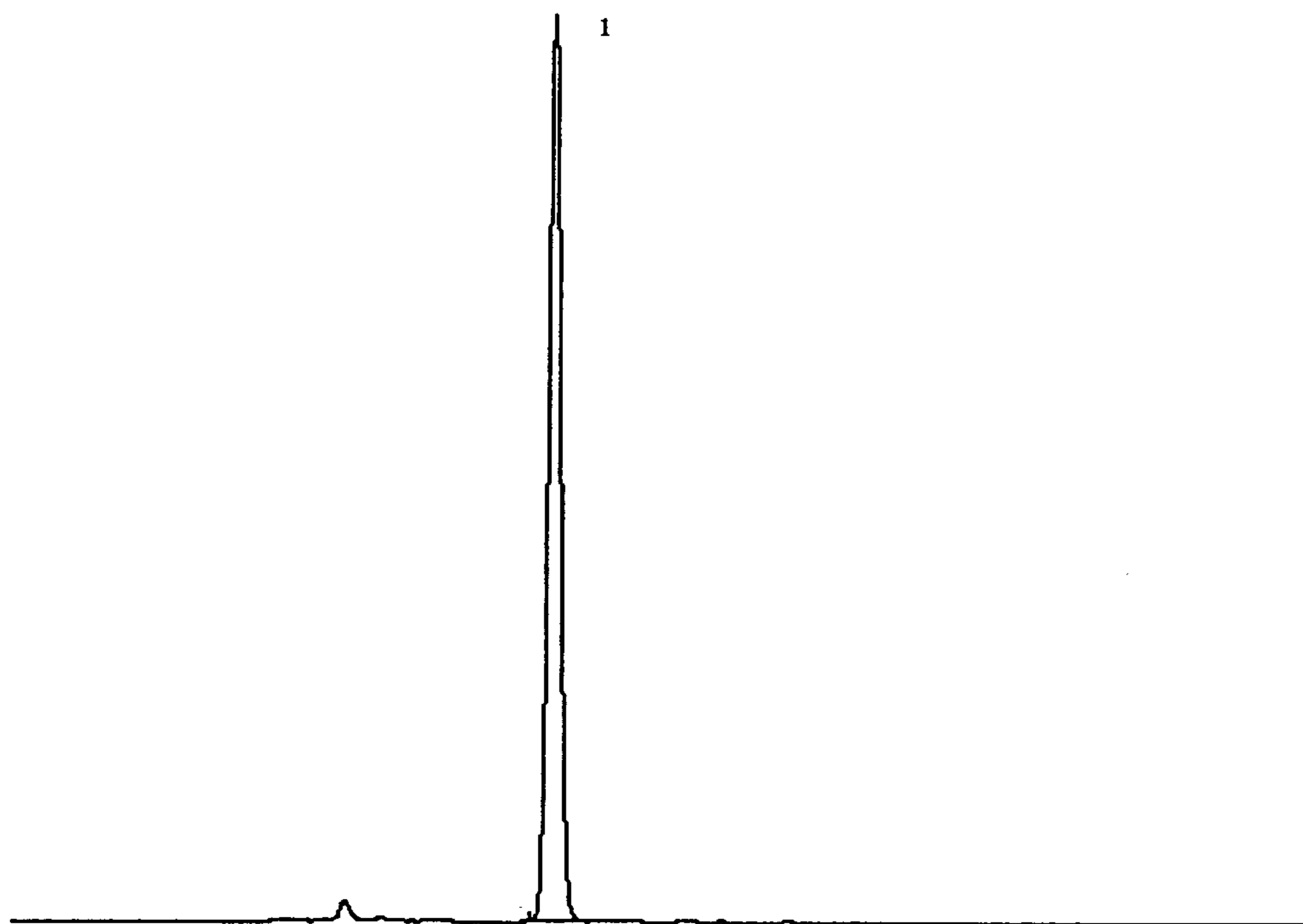
柱温：30 ℃；

检测波长：250 nm；

进样体积：5.0 μ L；

保留时间：噻吩磺隆约 4.0 min。

上述操作参数是典型的，可根据不同仪器及色谱柱特点，对给定操作参数作适当调整，以期获得最佳效果。典型的噻吩磺隆可湿性粉剂高效液相色谱图见图 1。



1——噻吩磺隆。

图 1 噻吩磺隆可湿性粉剂高效液相色谱图

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液配制

称取噻吩磺隆标样 0.05 g(精确至 0.000 2 g)，置于 100 mL 容量瓶中，用乙腈溶解并稀释至刻度，摇匀。

4.3.5.2 试样溶液配制

称取含噻吩磺隆 0.05 g 的试样(精确至 0.000 2 g)，置于 100 mL 容量瓶中，用乙腈溶解并稀释至刻度，摇匀。经滤膜过滤，待用。

4.3.5.3 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,待相邻两针的噻吩磺隆峰面积相对变化小于 1.5%后,按标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

4.3.6 计算

将测得的两针试样溶液以及试样溶液前后两针标样溶液中噻吩磺隆峰面积分别进行平均。试样中噻吩磺隆的质量分数 w_1 (%)按式(1)计算:

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

式中:

A_1 ——前后两针标样溶液中噻吩磺隆峰面积的平均值;

A_2 ——前后两针试样溶液中噻吩磺隆峰面积的平均值;

m_1 ——噻吩磺隆标样的质量,单位为克(g);

m_2 ——试样的质量,单位为克(g);

w ——标样中噻吩磺隆的质量分数,以%表示。

4.3.7 允许差

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。

4.4 悬浮率的测定

4.4.1 测定步骤

按 GB/T 14825—2006 中方法一进行。称样量约为 1.0 g(精确至 0.000 2 g),用 70 mL 乙腈将留在量筒底部的 1/10 悬浮液和残留物转移到 100 mL 容量瓶中,充分振荡,乙腈超声溶解,定容。按 4.3.5 测定噻吩磺隆质量,计算其悬浮率。

4.4.2 允许差

两次平行测定结果之差,应不大于 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“共沸蒸馏法”进行。

4.6 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.7 润湿时间的测定

按 GB/T 5451 进行。

4.8 细度的测定

按 GB/T 16150 中“湿筛法”进行。

4.9 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136 中“粉体制剂”的方法进行,于热贮后 24 h 内完成噻吩磺隆质量分数和悬浮率的测定。噻吩磺隆质量分数应不低于贮前质量分数的 95%,悬浮率应符合标准要求。

4.10 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 噻吩磺隆可湿性粉剂的标志、标签和包装,应符合 GB 3796 中的有关规定。

5.2 噻吩磺隆可湿性粉剂用铝塑复合袋包装,每袋净容量为 50 g,外用纸箱作外包装,每箱净含量不超过 10 kg。也可根据用户要求或定货协议,采用其他形式的包装,但要符合 GB 3796 中的有关规定。

5.3 包装件应存放在通风、干燥的库房中。

- 5.4 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。
- 5.5 安全:在使用说明书上或包装容器上,除有醒目的毒性标志外,还应有毒性说明、使用注意事项、中毒症状、解毒方法和急救措施。
- 5.6 保证期:在规定的贮运条件下,噻吩磺隆可湿性粉剂的质量保证期,从生产日期算起为 2 年。
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
噻吩磺隆可湿性粉剂
GB 23548—2009

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

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 10 千字
2009年7月第一版 2009年7月第一次印刷

*

书号: 155066 · 1-37947

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)68533533



GB 23548—2009