

前 言

本标准的第3章、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(CSBTS/TC 133)归口。

本标准负责起草单位:沈阳化工研究院。

本标准参加起草单位:安徽丰乐农化有限责任公司。

本标准主要起草人:梅宝贵、邢君、赵邦斌、王传品。

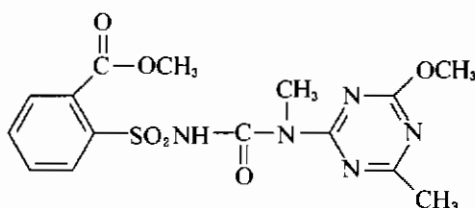
10%苯磺隆可湿性粉剂

该产品有效成分苯磺隆的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO 通用名称：tribenuron-methyl

CIPAC 数字代码：546

化学名称：3-甲基-3-(4-甲氧基-6-甲基-1,3,5-三嗪-2-基)-1-(2-甲氧基甲酰基苯基)磺酰胺
结构式：



实验式： $C_{16}H_{17}N_3O_6S$

相对分子质量：395.4（按 2001 年国际相对原子质量计）

生物活性：除草

熔点：141℃

蒸气压(25℃)：0.036 mPa

溶解度：水 28 mg/L(pH 4)、50 mg/L(pH 5)、280 mg/L(pH 6)；丙酮 43.8 g/L；乙腈 54.2 g/L；甲醇 3.4 g/L

稳定性：在 45℃ 稳定；在 pH 8~10 时稳定、不水解，在 pH<7 或在 pH>12 快速水解；在大多数有机溶剂中不稳定

1 范围

本标准规定了 10% 苯磺隆可湿性粉剂的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由苯磺隆原药、填料及适宜的助剂加工而成的 10% 苯磺隆可湿性粉剂。

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—2001 农药水分测定方法(GB/T 1600—2001, eqv CIPAC MT30)

GB/T 1601 农药 pH 值的测定方法(GB/T 1601—1993, eqv CIPAC MT75; 1970)

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 5451—2001, eqv CIPAC MT53)

GB/T 14825 农药可湿性粉剂悬浮率测定方法

GB/T 16150—1995 农药粉剂、可湿性粉剂细度测定方法

GB 20813 农药产品标签通则

3 要求

3.1 组成和外观:本品应由符合标准的苯磺隆原药与适宜的助剂和填料加工制成,为疏松粉末,不应有团块。

3.2 10%苯磺隆可湿性粉剂应符合表1要求。

表1 10%苯磺隆可湿性粉剂控制项目指标

项 目	指 标
苯磺隆质量分数/%	10.0±0.2
甲磺隆质量分数 ^a /%	≤ 0.1
水分质量分数/%	≤ 3.0
pH 值范围	8.0~10.0
润湿时间/s	≤ 90
细度(通过 44 μm 标准筛)/%	≥ 96
悬浮率/%	≥ 80
热贮稳定性试验 ^a	合格

^a 正常生产时甲磺隆质量分数、热贮稳定性试验每3个月至少进行一次。

4 试验方法

4.1 抽样

按 GB/T 1605—2001 中“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。

4.2 鉴别试验

高效液相色谱法——本鉴别试验可与苯磺隆含量的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中某一色谱峰的保留时间与标样溶液中苯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 苯磺隆质量分数的测定

4.3.1 方法提要

试样用氨水甲醇溶液溶解,以 pH 2.0 的磷酸水溶液和乙腈为流动相,使用以 Nova-Pak C₁₈ 为填料的不锈钢柱和紫外检测器(254 nm),对试样中的苯磺隆进行反相高效液相色谱分离,外标法定量。

4.3.2 试剂和溶液

甲醇:色谱级;

乙腈:色谱级;

水:新蒸二次蒸馏水;

氨水:质量分数 $w(\text{NH}_3) = 26\% \sim 30\%$;

氨水溶液:体积比 $\psi(\text{氨水}: \text{水}) = 1:500$;

氨水甲醇溶液:体积比 $\psi(\text{氨水溶液}: \text{甲醇}) = 50:50$;

苯磺隆标样:已知苯磺隆质量分数 $\geq 98.0\%$ 。

4.3.3 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 mm×3.9 mm(i. d.) Nova-Pak C₁₈ 不锈钢柱;

过滤器:滤膜孔径约 0.45 μm;

微量进样器:100 μL;

定量进样管:5 μL;

超声波清洗器。

4.3.4 高效液相色谱操作条件

流动相:体积比 φ(乙腈:水)=45:55,其中水用磷酸调 pH 至 2.0;

流量:1.0 mL/min;

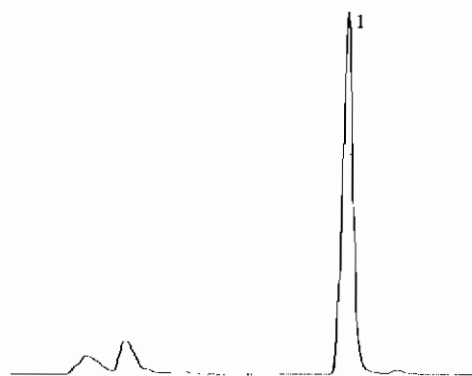
柱温:室温(温差变化应不大于 2℃);

检测波长:254 nm;

进样体积:5 μL;

保留时间:苯磺隆约 4.0 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 10% 苯磺隆可湿性粉剂高效液相色谱图见图 1。



1 — 苯磺隆。

图 1 10% 苯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 标样溶液的制备

准确称取苯磺隆标样 0.1 g(精确至 0.000 2 g)于 50 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 使试样溶解,摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 于 50 mL 容量瓶中,用氨水甲醇溶液稀释至刻度,摇匀。

4.3.5.2 试样溶液的制备

准确称取含苯磺隆 0.01 g(精确至 0.000 2 g)的 10% 苯磺隆可湿性粉剂于 50 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,摇匀,过滤。

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,直至相邻两针苯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。

4.3.5.4 计算

试样中苯磺隆的质量分数 w_1 (%),按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot w}{A_1 \cdot m_2 \times 10} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

A_1 ——标样溶液中，苯磺隆峰面积的平均值；

A_2 ——试样溶液中，苯磺隆峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，单位为克(g)；

m_2 ——试样的质量，单位为克(g)；

w ——标样中苯磺隆的质量分数，%；

10——换算系数。

4.3.6 允许差

两次平行测定结果之差，应不大于0.3%，取其算术平均值作为测定结果。

4.4 甲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pH 2.0的磷酸水溶液和乙腈为流动相，使用以Nova-Pak C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器(225 nm)，对试样中的甲磺隆进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

4.4.2 试剂和溶液

甲醇：色谱级；

乙腈：色谱级；

水：新蒸二次蒸馏水；

氨水：质量分数 $w(NH_3)$ 为26%~30%；

氨水溶液：体积比 ϕ (氨水：水)=1：500；

氨水甲醇溶液：体积比 ϕ (氨水溶液：甲醇)=50：50；

甲磺隆标样：已知甲磺隆质量分数。

4.4.3 仪器和设备

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 mm×3.9 mm(i. d.) Nova-Pak C_{18} 不锈钢柱

过滤器：滤膜孔径约0.45 μm ；

微量进样器：100 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：体积比 ϕ (乙腈：水)=45：55，其中水用磷酸调pH至2.0；

流量：1.0 mL/min；

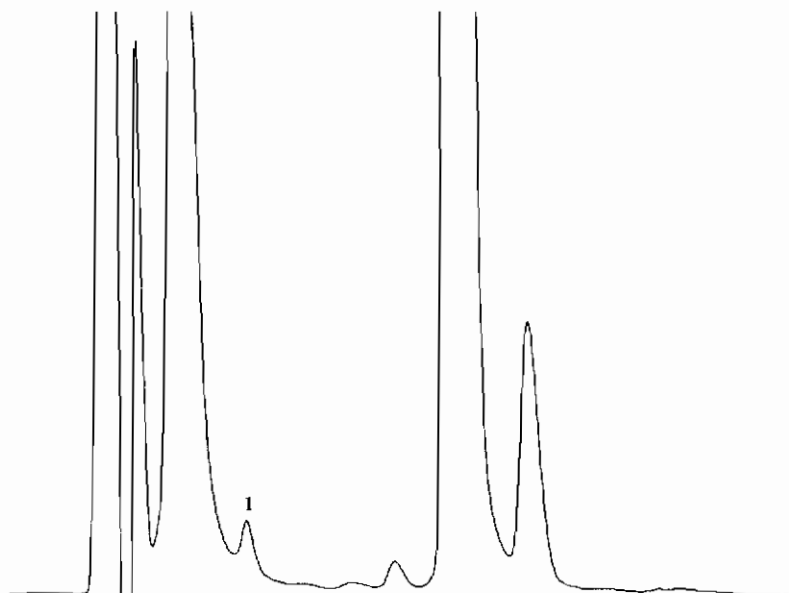
柱温：室温(温差变化应不大于2℃)；

检测波长：225 nm；

进样体积：5 μL ；

保留时间：甲磺隆约2.1 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10%苯磺隆可湿性粉剂中甲磺隆测定的高效液相色谱图见图2。



1— 甲磺隆。

图 2 10%苯磺隆可湿性粉剂中甲磺隆测定的高效液相色谱图

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的制备

准确称取甲磺隆标样 0.01 g(精确至 0.000 2 g)于 50 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 使试样溶解,摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 于 50 mL 容量瓶中,用氨水甲醇溶液稀释至刻度,摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的制备

准确称取 1 g(精确至 0.000 2 g)苯磺隆可湿性粉剂于 50 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,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,直至相邻两针甲磺隆峰面积相对变化小于 5%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

试样中甲磺隆的质量分数 w_2 (%)按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{A_2 \times m_1 \times w}{A_1 \times m_2 \times 10} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

A_1 ——标样溶液中,甲磺隆峰面积的平均值;

A_2 ——试样溶液中,甲磺隆峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量,单位为克(g);

m_2 ——试样的质量,单位为克(g);

w ——甲磺隆标样中甲磺隆的质量分数, %;

10——样品稀释倍数不同的换算系数。

4.4.6 允许差

两次平行测定结果之相对差,应不大于 20%,取其算术平均值作为测定结果。

4.5 水分的测定

按 GB/T 1600—2001 中的“共沸蒸馏法”法进行。

4.6 pH 值测定

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

按 GB/T 16150—1995 中“湿筛法”进行。

4.9 悬浮率

按 GB/T 14825 进行。称取 1 g 试样(精确至 0.000 2 g)。用 50 mL 氨水甲醇溶液将量筒内剩余的 25 mL 悬浮液及沉淀物全部转移至 100 mL 容量瓶中,用甲醇定容至刻度,在超声波下振荡 3 min,摇匀,过滤。按 4.3 测定苯磺隆质量,计算其悬浮率。

4.10 热贮稳定性试验

4.10.1 方法提要

将试样加压放置,于 35℃ 贮存 12 周后,对规定项目进行测定。

4.10.2 仪器

4.10.2.1 恒温箱(或恒温水浴):(35±2)℃;

4.10.2.2 烧杯:250 mL,内径 6.0 cm~6.5 cm;

4.10.2.3 圆盘:直径大小与烧杯配套,并恰好产生 2.45 kPa 的平均压力。

4.10.3 试验步骤

将 20 g 试样放入烧杯,不加任何压力,使其铺成等厚度的平滑均匀层。将圆盘压在试样上面,置烧杯于烘箱中,在(35±2)℃ 的恒温箱(或恒温水浴)中放置 12 周。取出烧杯,拿出圆盘,放入干燥器中,使试样冷至室温。按 4.3、4.8 测定苯磺隆质量分数、悬浮率。苯磺隆质量分数应不低于贮前苯磺隆质量分数的 90%,悬浮率仍应符合 3.2 的要求。

4.11 产品的检验与验收

应符合 GB/T 1604 的规定。极限数值处理,采用修约值比较法。

5 标志、标签、包装、贮运

5.1 10% 苯磺隆可湿性粉剂的标志、标签、包装,应符合 GB 20813 和 GB 3796 的规定。

5.2 10% 苯磺隆可湿性粉剂应用清洁、干燥、内衬塑料袋的编织袋包装,每袋净含量为 25 kg。

5.3 根据用户要求或订货协议,可以采用其他形式的包装,但需符合 GB 3796 的规定。

5.4 10% 苯磺隆可湿性粉剂包装件应贮存在通风、干燥的库房中。

5.5 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。

5.6 安全:苯磺隆属低毒磺酰胺类除草剂。使用本品应戴防护手套,穿干净的防护服,施药后立即用肥皂水洗净,如皮肤和眼睛接触药液时,要用大量清水冲洗。

5.7 保证期:在规定的贮运条件下,10% 苯磺隆可湿性粉剂的保证期,从生产日期算起为二年。一年内各项指标符合标准要求;一年至二年内,苯磺隆质量分数不低于 9.0%,其余各项指标符合标准要求。