



中华人民共和国国家标准

GB 23555—2009

25%噻嗪酮可湿性粉剂

25% Buprofezin 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
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章为强制性的,其余为推荐性的。

本标准自实施之日起, HG 2463.2—1993《25%噻嗪酮可湿性粉剂》废止。

本标准的附录A是资料性附录。

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:沈阳化工研究院。

本标准参加起草单位:江苏安邦电化有限公司、江苏常隆化工有限公司、上海悦联化工有限公司、江苏龙灯化学有限公司。

本标准主要起草人:张丕龙、咎艳坤、姜育田、芮燕春、虞祥发、冯秀珍、李茂青。

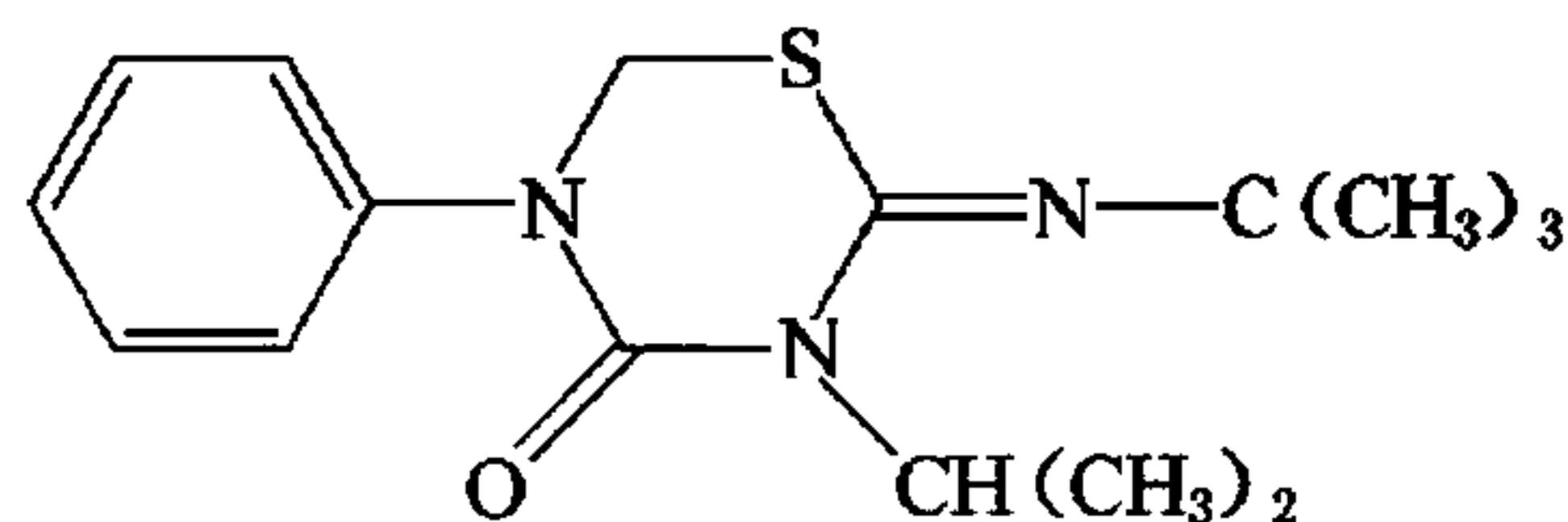
25%噻嗪酮可湿性粉剂

该产品有效成分噻嗪酮的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO 通用名称：buprofezin

化学名称：2-特-丁基亚氨基-3-异丙基-5-苯基-1,3,5-噻二嗪-4-酮

结构式：



实验式： $C_{16}H_{23}N_3OS$

相对分子质量：305.4(按 2005 年国际相对原子质量计)

生物活性：杀虫

熔点： $104.5\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 105.5\text{ }^{\circ}\text{C}$

蒸气压($25\text{ }^{\circ}\text{C}$):1.25 mPa

相对密度($20\text{ }^{\circ}\text{C}$):1.118

溶解度($25\text{ }^{\circ}\text{C}$,g/L):水中 0.9 mg/L($20\text{ }^{\circ}\text{C}$),三氯甲烷 520、苯 370、甲苯 320、丙酮 240、乙醇 80、正己烷 20

稳定性:对酸或碱稳定,对光或热稳定

1 范围

本标准规定了 25%噻嗪酮可湿性粉剂的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由噻嗪酮原药、适宜的助剂和填料加工成的 25%噻嗪酮可湿性粉剂。

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 14825 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噻嗪酮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

25%噻嗪酮可湿性粉剂应符合表 1 要求。

表 1 25%噻嗪酮可湿性粉剂控制项目指标

项 目	指 标
噻嗪酮质量分数/%	25.0 ^{+1.5} _{-1.5}
水分/% ≤	2.0
悬浮率/% ≥	75
细度(通过 45 μm 试验筛)/% ≥	98
润湿时间/s ≤	90
pH 值范围	6.0~10.5
热贮稳定性 ^a	合格

^a 热贮稳定性试验在正常生产情况下,至少每 3 个月测定一次。

4 试验方法

4.1 抽样

按照 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

气相色谱法——本鉴别试验可与噻嗪酮含量的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中某色谱峰的保留时间与标样溶液中噻嗪酮的色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5%以内。

4.3 噻嗪酮质量分数的测定

4.3.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解,以邻苯二甲酸二环己酯为内标物,使用 HP-5(5%二苯基+95%二甲基聚硅酮)涂壁的毛细管色谱柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的噻嗪酮进行气相色谱分离和测定。也可使用填充柱气相色谱法,色谱条件参见附录 A。

4.3.2 试剂和溶液

三氯甲烷;

噻嗪酮标样:已知质量分数 $w \geq 98.0\%$;

邻苯二甲酸二环己酯:不应含有干扰分析的杂质;

内标溶液:称取 4.0 g 的邻苯二甲酸二环己酯,置于 500 mL 容量瓶中,用三氯甲烷溶解并稀释至刻度,摇匀。

4.3.3 仪器

气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器;

色谱数据处理机或色谱工作站;

色谱柱:30 m × 0.32 mm(i. d.)毛细柱,内壁涂 HP-5(5%二苯基 + 95%二甲基聚硅酮),膜厚 0.25 μm;

微量进样器:10 μL。

4.3.4 气相色谱操作条件

温度(°C):柱温 230,气化室 270,检测器室 280;

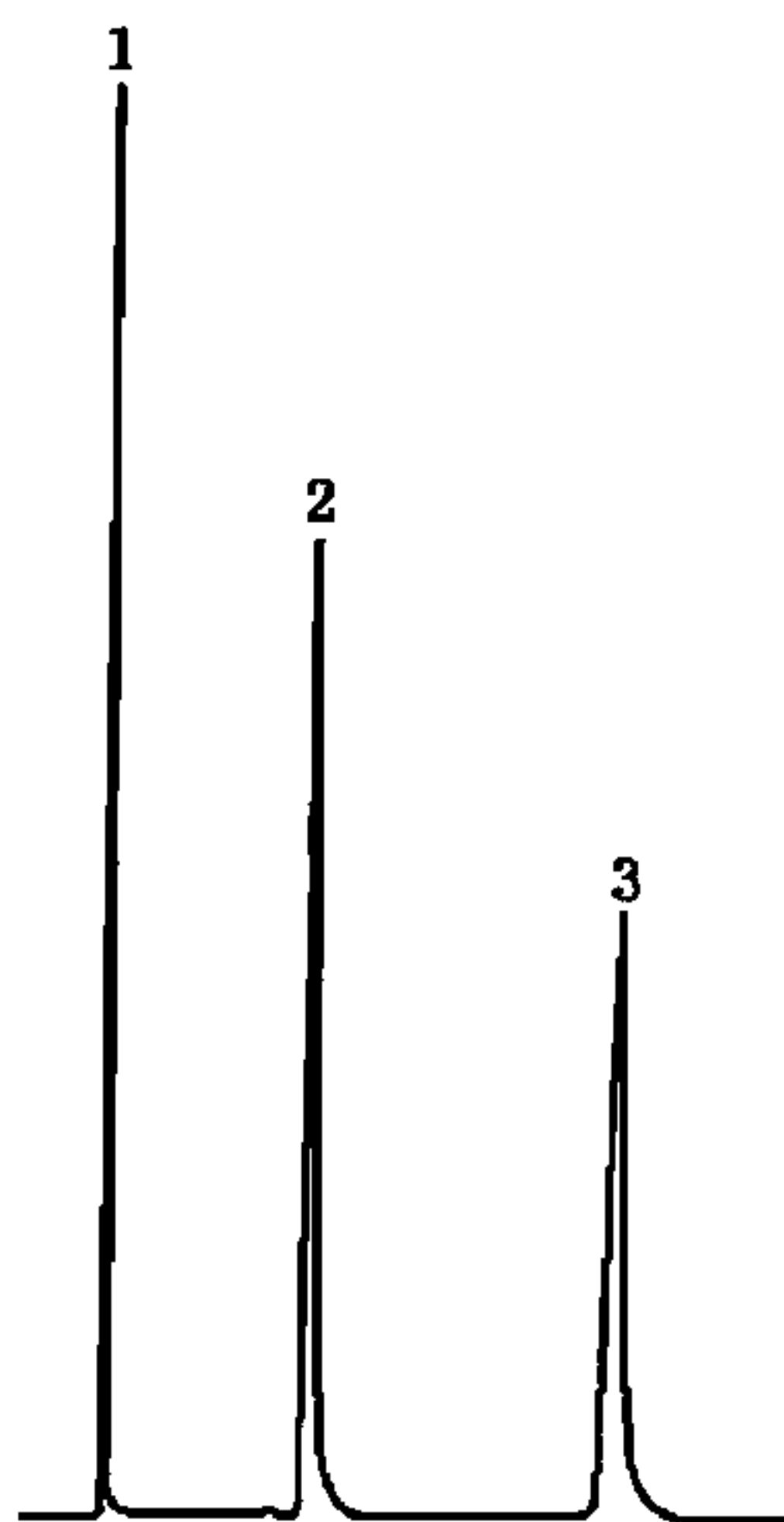
气体流量(mL/min):载气(N₂)2.0、氢气 30、空气 300、补偿气(N₂)25;

分流比:20 : 1;

进样量(μL):1.0;

保留时间(min):噻嗪酮 3.8, 内标物 7.0。

上述液相色谱操作条件,系典型操作参数。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 25%噻嗪酮可湿性粉剂的毛细管气相色谱图见图 1。



1——溶剂;

2——噻嗪酮;

3——内标物(邻苯二甲酸二环己酯)。

图 1 25%噻嗪酮可湿性粉剂与内标物的毛细管气相色谱图

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液的配制

称取噻嗪酮标样 0.08 g(精确至 0.000 2 g)于 15 mL 具塞玻璃瓶中,用移液管准确加入 10 mL 内标溶液,摇匀。

4.3.5.2 试样溶液的配制

称取含噻嗪酮 0.08 g(精确至 0.000 2 g)的试样,于 15 mL 具塞玻璃瓶中,用与 4.3.5.1 同一支移液管准确加入 10 mL 内标溶液,摇匀。

4.3.5.3 测定

在上述操作条件下,待仪器基线稳定后,连续注入数针标样溶液,计算各针噻嗪酮与内标物峰面积之比的重复性,待相邻两针噻嗪酮与内标物峰面积比的相对变化小于 1.2%时,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。

4.3.6 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噻嗪酮与内标物峰面积比分别进行平均。试样中噻嗪酮的质量分数 w_1 (%)按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{\gamma_2 \cdot m_1 \cdot w}{\gamma_1 \cdot m_2} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

γ_1 ——标样溶液中,噻嗪酮与内标物峰面积比的平均值;

γ_2 ——试样溶液中,噻嗪酮与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——噻嗪酮标样的质量,单位为克(g);

m_2 ——试样的质量,单位为克(g);

w ——标样中噻嗪酮的质量分数,以%表示。

4.3.7 允许差

噻嗪酮质量分数的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

按 GB/T 14825 进行。称取 0.5 g 试样(精确至 0.000 2 g),在剩余的 1/10 悬浮液沉淀物中,加入 10 mL 内标溶液,再加 10 mL 三氯甲烷,振摇萃取。按 4.3 测定噻嗪酮质量,计算悬浮率。

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 中的“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 “粉体剂”进行。在 24 h 内按 4.3、4.4 测定噻嗪酮含量、悬浮率。测定结果噻嗪酮质量分数允许降至贮前测定的 97%,实测悬浮率应不低于 65%。

4.10 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 25%噻嗪酮可湿性粉剂的标志、标签和包装,应符合 GB 3796 的规定。

5.2 25%噻嗪酮可湿性粉剂用铝箔袋或塑料袋包装,每袋净含量为 100 g、200 g、250 g、500 g;外包装可用纸箱、瓦楞纸板箱或钙塑箱,每箱净含量不超过 25 kg。也可以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。

5.3 25%噻嗪酮可湿性粉剂包装件应贮存在通风、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:噻嗪酮为低毒杀虫剂,吞噬或吸入均有毒。使用时,应戴好防护手套、口罩、穿干净防护服。使用后应立即用肥皂和水洗净。如发生中毒现象,应及时去医院检查治疗。

5.6 保证期:在规定的贮运条件下,从生产日期算起为 2 年。

附录 A

(资料性附录)

噻嗪酮质量分数填充柱气相色谱测定方法

A.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解,以邻苯二甲酸二环己酯为内标物,使用5%OV-101/Gas chrom Q 填充物的色谱柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的噻嗪酮进行气相色谱分离和测定。

A.2 试剂和溶液

三氯甲烷;

固定液:OV-101;

载体:Gas chrom Q 粒径 $180\ \mu\text{m}\sim 250\ \mu\text{m}$;

邻苯二甲酸二环己酯:不得含有干扰分析的杂质;

内标溶液:称取4.0 g 邻苯二甲酸二环己酯,于500 mL 容量瓶中,用三氯甲烷溶解并稀释至刻度,摇匀;

噻嗪酮标样:已知质量分数 $w\geq 98.0\%$ 。

A.3 仪器

气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器;

色谱数据处理机或色谱工作站;

色谱柱:1 m×3 mm (i. d.) 玻璃柱,内装5%OV-101/Gas chrom Q 粒径 $180\ \mu\text{m}\sim 250\ \mu\text{m}$ 填充物(或具有相同柱效的其他色谱柱)。

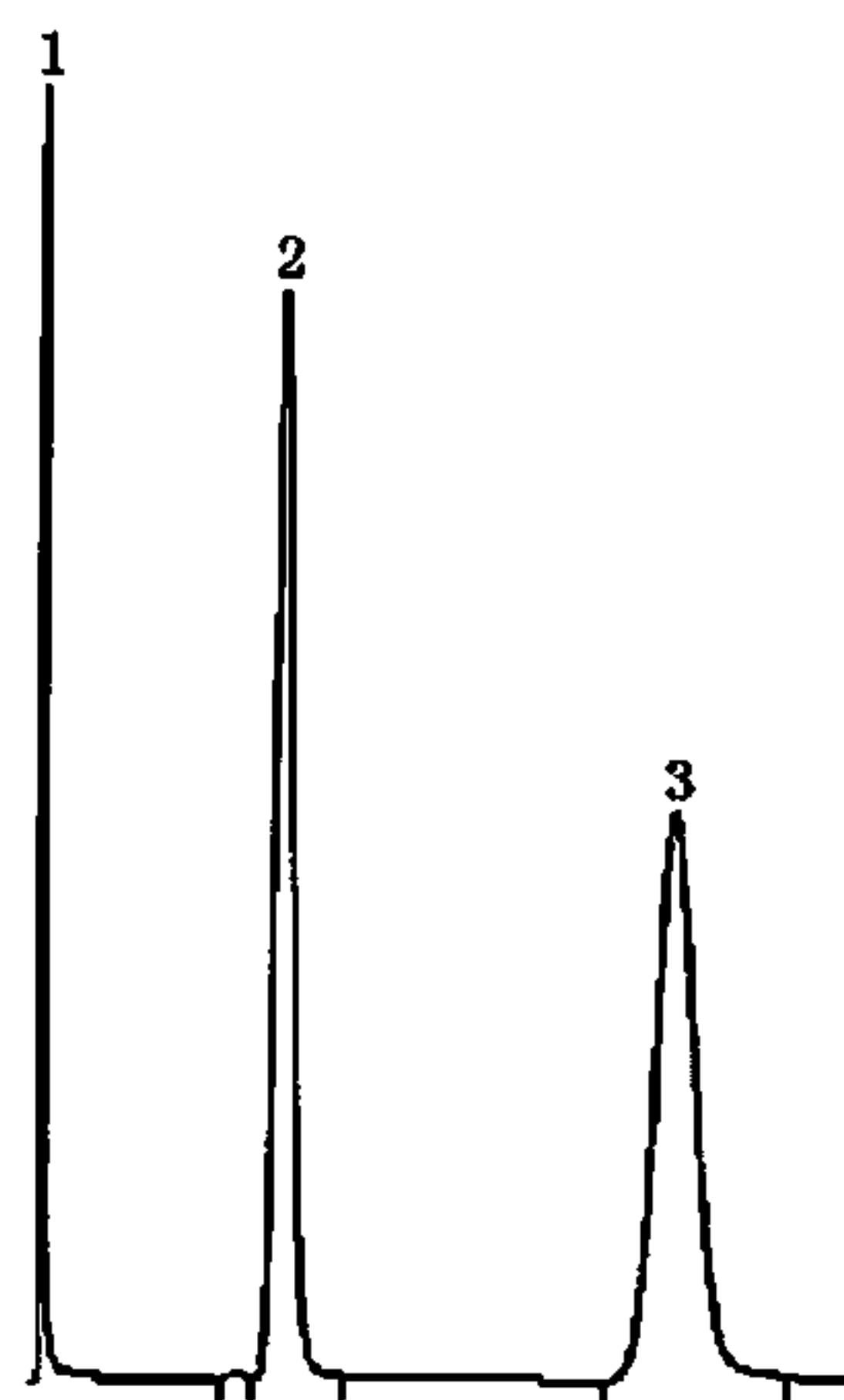
A.4 气相色谱操作条件

温度($^{\circ}\text{C}$):柱温 200,气化室 250,检测器室 250;

气体流量(mL/min):载气(N_2)30、氢气 40、空气 400;

保留时间(min):噻嗪酮 5; 内标物 10。

上述气相色谱操作条件,系典型操作参数。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25%噻嗪酮可湿性粉剂与内标物的填充柱气相色谱图见图A.1。



1——溶剂;

2——噻嗪酮;

3——内标物(邻苯二甲酸二环己酯)。

图 A.1 25%噻嗪酮可湿性粉剂与内标物的填充柱气相色谱图

A.5 测定步骤

A.5.1 标样溶液的配制

称取噻嗪酮标样 0.08 g(精确至 0.000 2 g)于 15 mL 具塞玻璃瓶中,用移液管准确移入 10 mL 内标液,摇匀。

A.5.2 试样溶液的配制

称取约含噻嗪酮 0.08 g 的试样(精确至 0.000 2 g)于 15 mL 具塞玻璃瓶中,用 A.5.1 中使用的同一支移液管准确移入 10 mL 内标液,摇匀。

A.5.3 测定

在上述操作条件下,待仪器基线稳定后,连续注入数针标样溶液,计算各针噻嗪酮与内标物峰面积之比的重复性,待相邻两针噻嗪酮与内标物峰面积的比的相对变化小于 1.2%时,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。

A.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噻嗪酮和内标物的峰面积比分别进行平均。试样中噻嗪酮的质量分数 w_1 (%)按式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{\gamma_2 \cdot m_1 \cdot w}{\gamma_1 \cdot m_2} \dots\dots\dots(A.1)$$

式中:

γ_1 ——标样溶液中,噻嗪酮与内标物峰面积比的平均值;

γ_2 ——试样溶液中,噻嗪酮与内标物峰面积比的平均值;

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 ——标样中噻嗪酮的质量分数,以%表示。

A.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。

