



中华人民共和国国家标准

GB 23556—2009

20%噻嗪酮乳油

20% Buprofezin emulsifiable concentrates

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、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 2463.3—1993《噻嗪酮乳油》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。

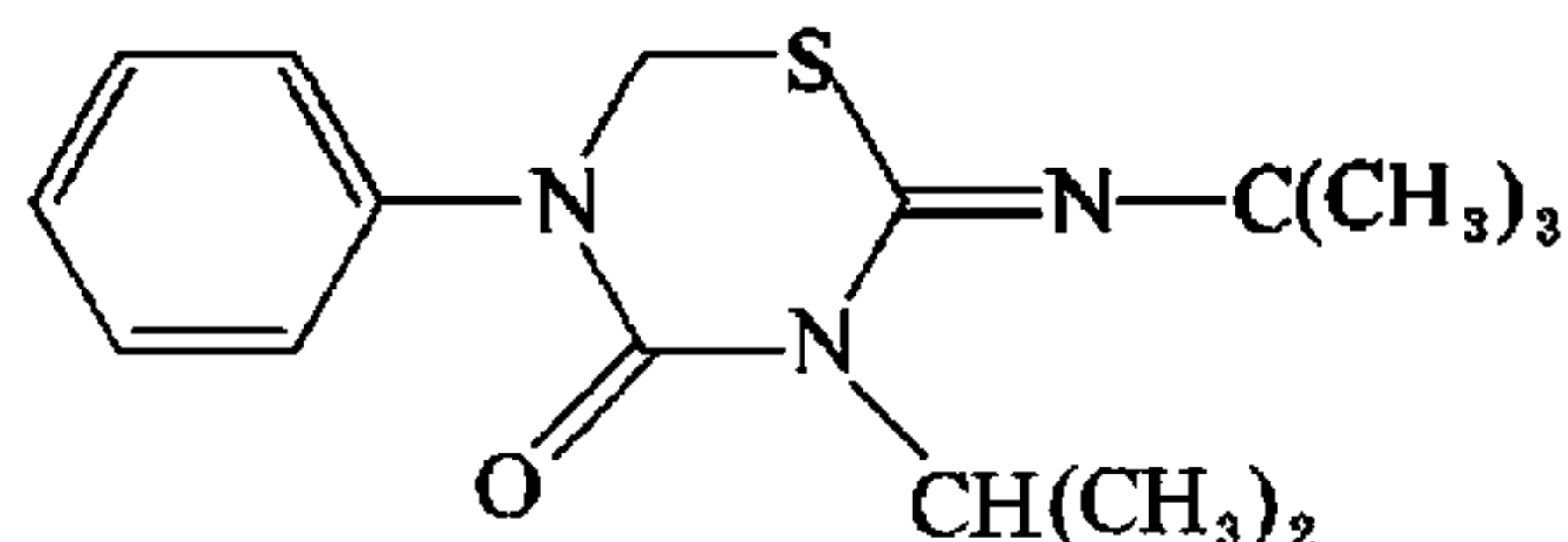
20%噻嗪酮乳油

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：C₁₆H₂₃N₃OS

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 ℃~105.5 ℃

蒸气压(25 ℃)：1.25 mPa

密度(20 ℃)：1.18

溶解度(25 ℃,g/L)：水中 0.9 mg/L(20 ℃)，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 20%噻嗪酮乳油的要求、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与乳化剂溶解在适宜的溶剂中配制成的 20%噻嗪酮乳油。

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 1603 农药乳液稳定性测定方法

GB/T 1604 商品农药验收规则

GB/T 1605—2001 商品农药采样方法

GB 4838 农药乳油包装

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噻嗪酮原药制成，应是稳定的均相液体，无可见的悬浮物和沉淀。

3.2 技术指标

20%噻嗪酮乳油应符合表 1 要求。

表 1 20%噻嗪酮乳油控制项目指标

项 目	指 标
噻嗪酮质量分数/%	20.0±1.2
水分/% ≤	0.5
pH 值范围	5.0~9.0
乳液稳定性(稀释 200 倍)	合格
低温稳定性 ^a	合格
热贮稳定性 ^a	合格
^a 低温稳定性、热贮稳定性试验在正常生产情况下,每 3 个月至少测定一次。	

4 试验方法

4.1 抽样

按照 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 200 mL。

4.2 鉴别试验

气相色谱法——本鉴别试验可与噻嗪酮质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液某一色谱峰的保留时间与标样溶液中噻嗪酮色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。也可使用填充柱气相色谱法,色谱条件见附录 A。

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 5%HP-5 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.)毛细管柱,内壁涂 5%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;

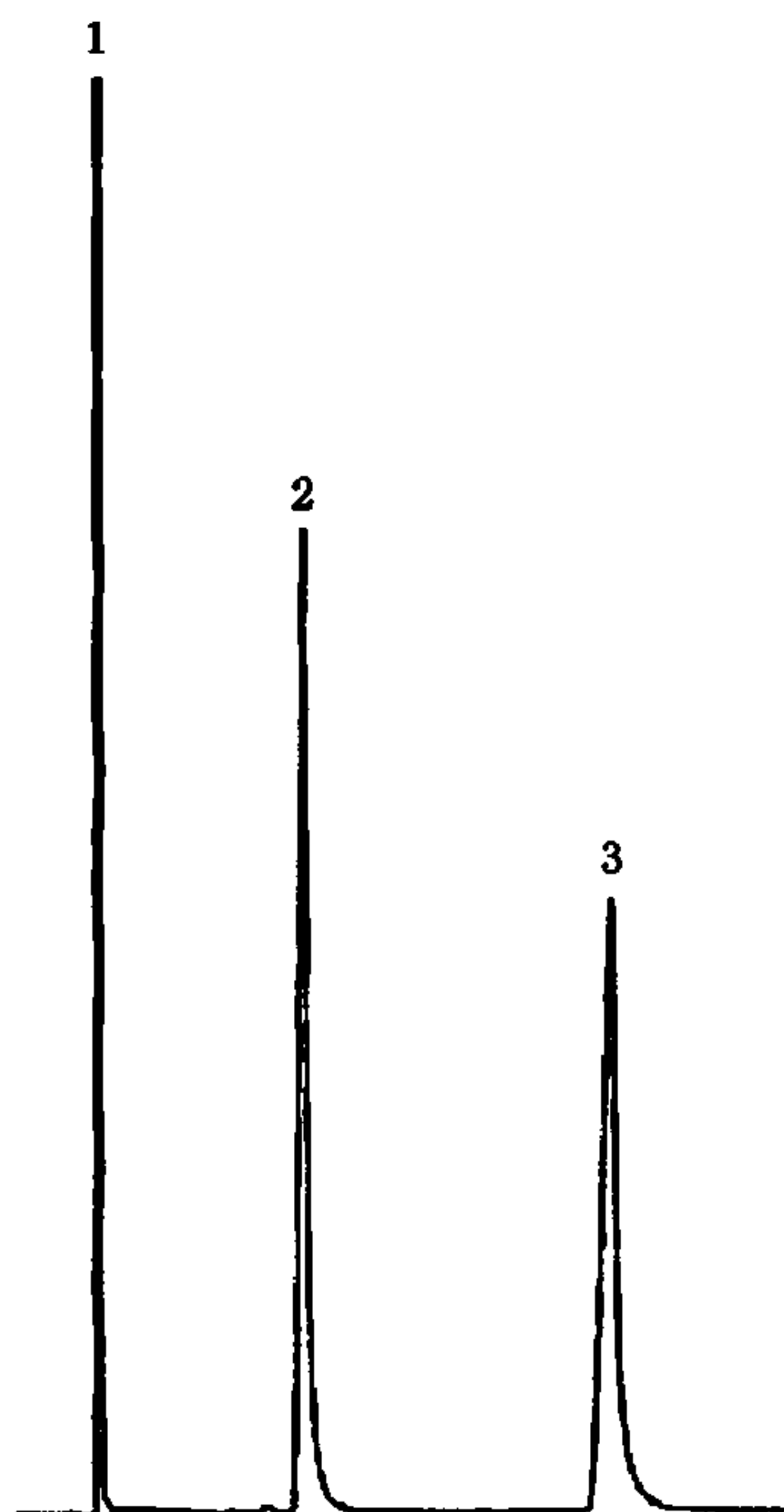
气体流量(mL/min):载气(N₂)2.0、氢气 30、空气 300、补偿气(N₂)25;

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 20%噻嗪酮乳油测定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 20%噻嗪酮乳油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,用移液管准确移入 10 mL 内标液,摇匀。

4.3.5.2 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 4.3.5.1 中使用的同一支移液管准确移入 10 mL 内标液,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(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 ——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

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 水分的测定

按 GB/T 1600 中的“卡尔·费休法”进行。

4.5 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.6 乳液稳定性试验

按 GB/T 1603 进行。试验结果,上无浮油、下无沉油和沉淀为合格。

4.7 低温稳定性试验

按 GB/T 19137 进行,析出固体或液体的体积不大于0.3 mL 为合格。

4.8 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136 进行,于热贮后 24 h 内对噻嗪酮质量分数、乳液稳定性项目进行检测,贮后噻嗪酮质量分数不低于贮前质量分数的 97%,乳液稳定性符合标准要求,即为合格。

4.9 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 20%噻嗪酮乳油的标志、标签和包装,应符合 GB 4838 的规定。

5.2 20%噻嗪酮乳油应用带有内塞及瓶盖的玻璃瓶或聚酯瓶包装,每瓶净含量为 250 mL、500 mL 等;外包装用钙塑箱或瓦楞纸箱,每箱净含量应不超过 20 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,但要符合 GB 4838 的规定。

5.4 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:噻嗪酮属低毒杀虫剂。使用本品应戴防护手套。喷雾时要顺风方向进行,防止口鼻吸入,皮肤或身体裸露部位接触本品后,应及时用肥皂和水洗净。万一发生中毒现象应及时请医生诊治。

5.7 保证期:在规定的贮运条件下,20%噻嗪酮乳油的保证期,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/Chromosorb Gas Chrom Q 为填充物的玻璃柱(或不锈钢柱)和氢火焰离子化检测器,对噻嗪酮进行气相色谱分离和内标法定量。

A.2 试剂和溶液

三氯甲烷;

固定液:OV-101;

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;

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 μm ~250 μm 填充物(或具有相同柱效的其他色谱柱)。

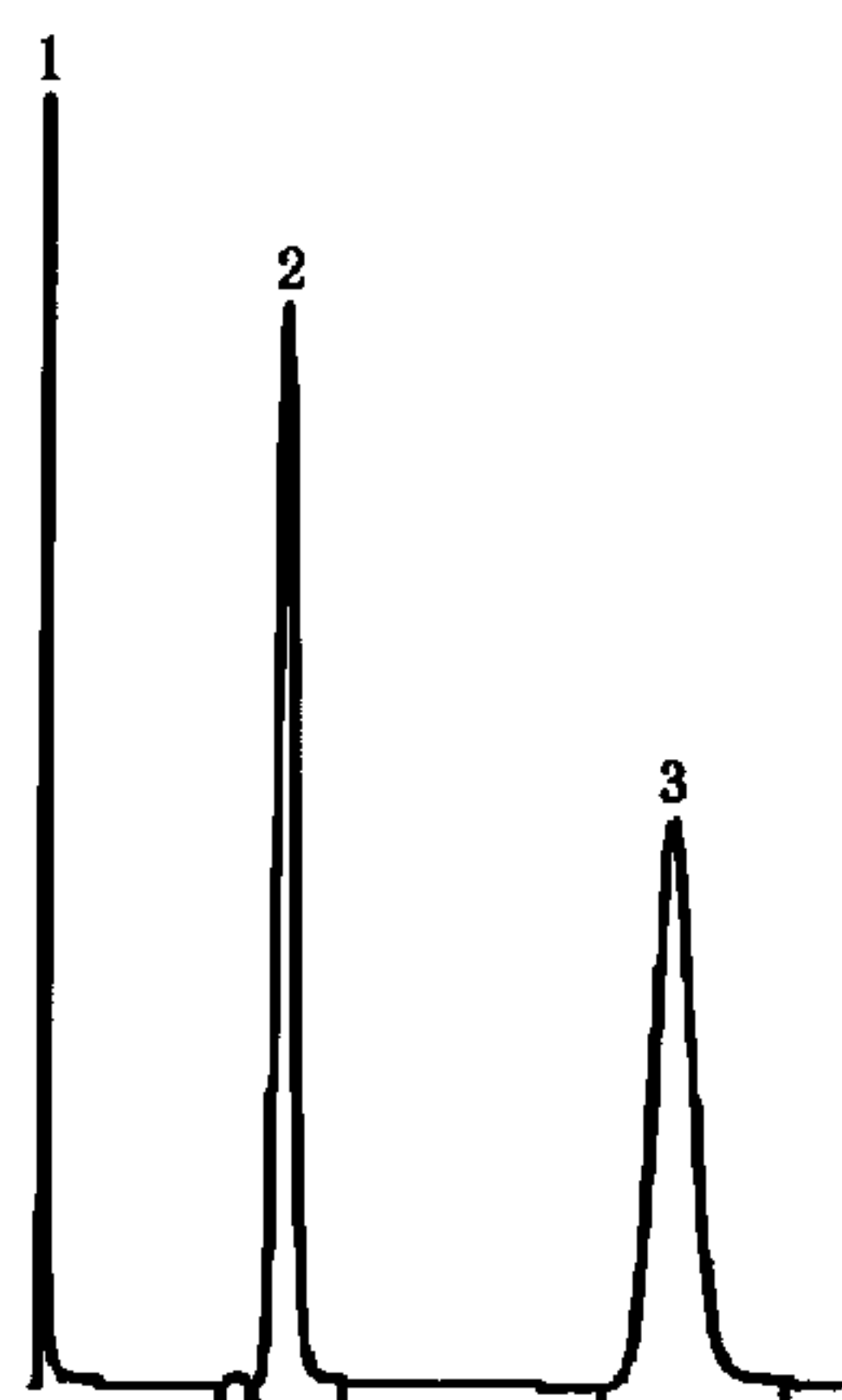
A.4 气相色谱操作条件

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; 邻苯二甲酸二环己酯 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 20%噻嗪酮乳油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 20%噻嗪酮乳油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。