



中华人民共和国国家标准

GB 28133—2011

绿麦隆可湿性粉剂

Chlortoluron wettable powders

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

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。

本标准使用重新起草法修改采用 FAO specification 217/WP/S(1990)《绿麦隆可湿性粉剂》(Chlorotoluron wettable powders)。

本标准与 FAO specification 217/WP/S(1990)《绿麦隆可湿性粉剂》(Chlorotoluron wettable powders)的主要技术差异及原因如下:

- 润湿时间:FAO 规定 ≤ 1 min,本标准规定 ≤ 90 s,符合我国国情;
- 持久起泡性(1 min 后):FAO 规定 ≤ 25 mL,本标准规定 ≤ 60 mL,更适合我国产品;
- 增加了“1,1-二甲基-3-(4-甲基苯基)脲”、“1-甲基-3-(3-氯-4-甲基苯基)脲”、“水分”的要求,比 FAO 规格更加严格。

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。

本标准起草单位:农业部农药检定所、江苏快达农化股份有限公司。

本标准主要起草人:于荣、姜宜飞、王小丽、施永平、陈杰、李岩。

绿麦隆可湿性粉剂

1 范围

本标准规定了绿麦隆可湿性粉剂的要求,试验方法以及标志、标签、包装、贮运、安全、质量保证期。
本标准适用于由绿麦隆原药、适宜的助剂和填料加工成的绿麦隆可湿性粉剂。

注:绿麦隆及杂质的其他名称、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 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—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 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绿麦隆原药与适宜的助剂和填料加工制成,为组成均匀的疏松粉末,无团块。

3.2 项目和指标

绿麦隆可湿性粉剂应符合表 1 要求。

表 1 绿麦隆可湿性粉剂控制项目指标

| 项 目 | 指 标 |
|-----------------------------|----------|
| 绿麦隆质量分数/% | 25.0±1.5 |
| 1,1-二甲基-3-(4-甲基苯基)脲质量分数*/% | ≤ 0.3 |
| 1-甲基-3-(3-氯-4-甲基苯基)脲质量分数*/% | ≤ 0.3 |
| 悬浮率/% | ≥ 65 |
| 水分/% | ≤ 3.0 |

表 1 (续)

| 项 目 | 指 标 |
|--------------------|---------|
| pH 值 | 6.0~9.0 |
| 润湿时间/s | ≤ 90 |
| 细度(通过 45 μm 试验筛)/% | ≥ 96 |
| 持久起泡性(1 min 后)/mL | ≤ 60 |
| 热贮稳定性* | 合格 |
| *正常生产时,每三个月至少测定一次。 | |

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。用随机法确定取样的包装件,最终抽样量不少于 300 g。

4.2 鉴别试验

本鉴别试验可与绿麦隆质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中某一色谱峰的保留时间与标样溶液中绿麦隆色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

4.3 绿麦隆质量分数的测定

4.3.1 方法提要

试样用甲醇溶解,以 pH 4.0 磷酸水溶液和乙腈为流动相,使用 C₁₈ 为填充物的不锈钢柱和紫外检测器,对试样中的绿麦隆进行高效液相色谱分离和测定。

4.3.2 试剂和溶液

磷酸;

甲醇:色谱级;

乙腈:色谱级;

水:新蒸二次蒸馏水;

绿麦隆标样:已知绿麦隆质量分数 $w \geq 99.0\%$ 。

4.3.3 仪器

高效液相色谱仪:具可调波长紫外检测器;

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 SHIMADZU VP-ODS 5 μm 填充物(或具有同等效果的色谱柱);

过滤器:滤膜孔径约 0.45 μm;

超声波清洗器。

4.3.4 高效液相色谱操作条件

流动相： Ψ [乙腈：水(磷酸调节 pH=4)]=50：50；

流量：1.0 mL/min；

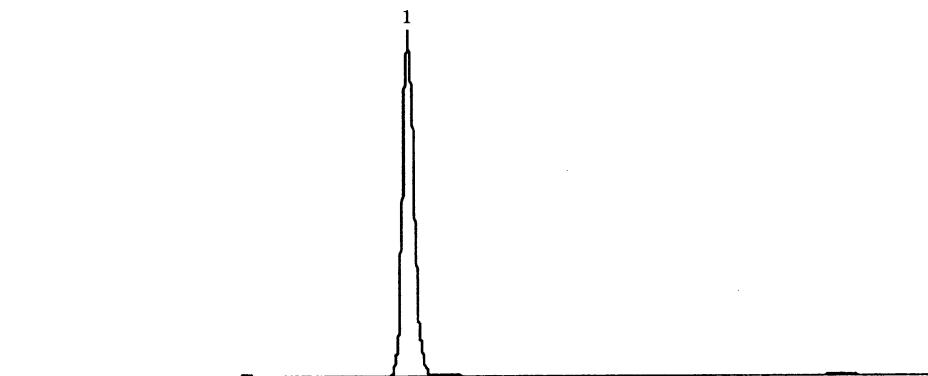
柱温：室温(温度变化应不大于 2℃)；

检测波长：243 nm；

进样体积：25 μ L。

保留时间：绿麦隆约 5.6 min。

上述操作参数是典型的,可根据不同仪器特点,对给定操作参数作适当调整,以期获得最佳效果。25%绿麦隆可湿性粉剂高效液相色谱图见图 1。



1——绿麦隆。

图 1 25%绿麦隆可湿性粉剂高效液相色谱图

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液的配制

称取绿麦隆标样约 0.1 g(精确到 0.000 2 g),置于 50 mL 容量瓶中,用甲醇超声溶解,定容。移取该溶液 5.0 mL 于另一 50 mL 容量瓶中,用甲醇定容。

4.3.5.2 试样溶液的配制

称取含绿麦隆约 0.1 g 的试样(精确到 0.000 2 g),置于 50 mL 容量瓶中,用甲醇超声溶解,定容。移取该溶液 5.0 mL 于另一 50 mL 容量瓶中,用甲醇定容。用 0.45 μ m 孔径滤膜过滤,滤液为试样溶液。

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,直至相邻两针绿麦隆的峰面积相对变化小于 1.0%,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前后两针标样溶液中绿麦隆峰面积分别进行平均。绿麦隆质量分数按式(1)计算:

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

式中:

- w_1 ——试样中绿麦隆的质量分数,以%表示;
- A_2 ——试样溶液中,绿麦隆峰面积的平均值;
- m_1 ——标样的质量,单位为克(g);
- w ——标样中绿麦隆的质量分数,以%表示;
- A_1 ——标样溶液中,绿麦隆峰面积的平均值;
- m_2 ——试样的质量,单位为克(g)。

4.3.7 允许差

两次平行测定结果之差,应不大于1.0%,取其算术平均值作为测定结果。

4.4 1,1-二甲基-3-(4-甲基苯基)和1-甲基-3-(3-氯-4-甲基苯基)质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样用甲醇溶解,以pH4.0磷酸水溶液和乙腈为流动相,使用C₁₈为填充物的不锈钢柱和紫外检测器,对试样中的1,1-二甲基-3-(4-甲基苯基)和1-甲基-3-(3-氯-4-甲基苯基)进行高效液相色谱分离和测定。

4.4.2 试剂和溶液

- 磷酸;
- 甲醇:色谱级;
- 乙腈:色谱级;
- 水:新蒸二次蒸馏水;
- 1,1-二甲基-3-(4-甲基苯基)豚标样:已知质量分数 $w \geq 99.0\%$;
- 1-甲基-3-(3-氯-4-甲基苯基)豚标样:已知质量分数 $w \geq 99.0\%$ 。

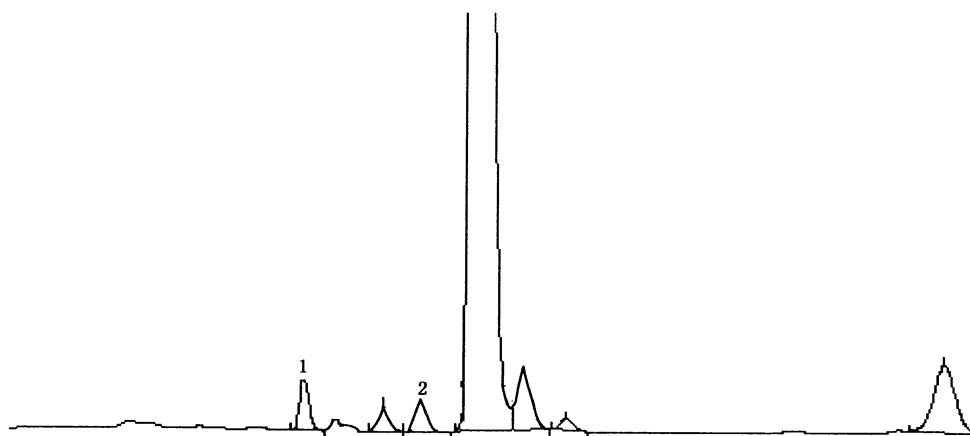
4.4.3 仪器

- 高效液相色谱仪:具可调波长紫外检测器;
- 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 SHIMADZU VP-ODS 5 μm 填充物(或具有同等效果的色谱柱);
- 过滤器:滤膜孔径约 0.45 μm;
- 超声波清洗器。

4.4.4 高效液相色谱操作条件

- 流动相:Ψ[乙腈:水(磷酸调节 pH=4)]=50:50;
 - 流量:1.0 mL/min;
 - 柱温:室温(温度变化应不大于 2 ℃);
 - 检测波长:243 nm;
 - 进样体积:25 μL;
 - 保留时间:1,1-二甲基-3-(4-甲基苯基)豚约 3.7 min;1-甲基-3-(3-氯-4-甲基苯基)豚约 5.1 min。
- 上述操作参数是典型的,可根据不同仪器特点,对给定操作参数作适当调整,以期获得最佳效果。

25%绿麦隆可湿性粉剂中杂质的高效液相色谱图见图2。



1——1,1-二甲基-3-(4-甲基苯基)脒；

2——1-甲基-3-(3-氯-4-甲基苯基)脒。

图2 25%绿麦隆可湿性粉剂中杂质高效液相色谱图

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的配制

分别称取1,1-二甲基-3-(4-甲基苯基)脒标样和1-甲基-3-(3-氯-4-甲基苯基)脒标样各约0.04 g(精确至0.000 2 g),置于50 mL容量瓶中,用甲醇超声溶解,定容。移取该溶液1.0 mL于另一50 mL容量瓶中,用甲醇定容。

4.4.5.2 试样溶液的配制

称取25%绿麦隆可湿性粉剂试样约0.27 g(精确到0.000 2 g),置于50 mL容量瓶中,用甲醇超声溶解,定容。用0.45 μm孔径滤膜过滤,滤液为试样溶液。

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,计算各针相对响应值,待相邻两针的相对响应值变化小于1.2%,按标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

4.4.6 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1,1-二甲基-3-(4-甲基苯基)脒和1-甲基-3-(3-氯-4-甲基苯基)脒的峰面积分别进行平均。1,1-二甲基-3-(4-甲基苯基)脒[1-甲基-3-(3-氯-4-甲基苯基)脒]质量分数按式(2)计算:

$$w_{i2} = \frac{A_{i2} \cdot m_{i1} \cdot w_{i0}}{A_{i1} \cdot m_2} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

w_{i2} ——1,1-二甲基-3-(4-甲基苯基)脒[1-甲基-3-(3-氯-4-甲基苯基)脒]质量分数,以%表示;

A_{i2} ——试样溶液中,1,1-二甲基-3-(4-甲基苯基)脒[1-甲基-3-(3-氯-4-甲基苯基)脒]峰面积的平均值;

m_{i1} —— 1,1-二甲基-3-(4-甲基苯基)脲[1-甲基-3-(3-氯-4-甲基苯基)脲]标样质量数值的 $\frac{1}{50}$,单位为克(g);

w_{i0} —— 标样中 1,1-二甲基-3-(4-甲基苯基)脲[1-甲基-3-(3-氯-4-甲基苯基)脲]的质量分数,以%表示;

A_{i1} —— 标样溶液中,1,1-二甲基-3-(4-甲基苯基)脲[1-甲基-3-(3-氯-4-甲基苯基)脲]峰面积的平均值;

m_2 —— 试样质量的数值,单位为克(g)。

4.4.7 允许差

两次平行测定结果之相对差,应不大于 10%,取其算术平均值作为测定结果。

4.5 悬浮率的测定

按 GB/T 14825—2006 中“4.1 方法 1”执行。称样量约 1.0 g(精确到 0.000 2 g),留在量筒底部 $\frac{1}{10}$ 悬浮液和残留物全部移到 100 mL 容量瓶中,用甲醇超声溶解,定容。移取该溶液 10.0 mL 于另一 50 mL 容量瓶中,用甲醇定容。用 0.45 μm 孔径滤膜过滤,滤液为试样溶液。按 4.3 测定绿麦隆质量,按式(3)计算其悬浮率。

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times \frac{10}{9} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

w_2 —— 试样的悬浮率,以%表示;

m_1 —— 配制悬浮液所取试样中有效成分质量,单位为克(g);

m_2 —— 留在量筒底部 25 mL 悬浮液有效成分质量,单位为克(g);

$\frac{10}{9}$ —— 换算系数。

4.6 水分的测定

按 GB/T 1600 中“共沸蒸馏法”进行。

4.7 pH 值的测定

按 GB/T 1601 中规定的方法进行。

4.8 润湿时间的测定

按 GB/T 5451 中规定的方法进行。

4.9 细度的测定

按 GB/T 16150 中“湿筛法”进行。

4.10 持久起泡性试验

4.10.1 方法提要

规定量的试样与标准硬水混合,静置后记录泡沫体积。

4.10.2 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。

4.10.3 仪器

具塞量筒：250 mL[分度值 2 mL，(0~250)mL 刻度线长度在 20.0 cm~21.5 cm 之间，250 mL 刻度线距塞子底部 4 cm~6 cm]；

工业天平：感量 0.1 g，量程 500 g。

4.10.4 测定步骤

将量筒加标准硬水至 180 mL 刻度线处，再加入试样 1.0 g，精确到 0.2 g。加入硬水至距量筒塞底部 9 cm 的刻度线上，盖上塞后，以量筒底部为中心，上下颠倒 30 次(每次 2 s)。于试验台上静置 1 min，记录泡沫体积。

4.11 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136 中“粉体制剂”规定的方法进行。按 4.3 测定绿麦隆质量分数、按 4.5 测定悬浮率。热贮后绿麦隆质量分数、悬浮率指标仍应符合表 1 的要求为合格。

4.12 产品的检验与验收

应符合 GB/T 1604 的有关规定。极限数值处理采用修约值比较法。

5 标志、标签、包装、贮运、安全、质量保证期

5.1 标志、标签

绿麦隆可湿性粉剂的标志、标签应符合 GB 3796、GB 20813 中的有关规定。

5.2 包装

绿麦隆可湿性粉剂用复合袋包装，包装材料宜用塑料/塑料[BOPET(BOPA、BOPP)/dr. PO(改性 PO)]、塑料/铝箔[BOPET(BOPA、BOPP)/dr. AL/ex. PO(改性 PO)]。每袋净含量不宜超过 500 g，外包装为瓦楞纸板箱，每箱净含量不应超过 20 kg。也可根据用户要求，采用其他形式的包装，但要符合 GB 3796 的规定。

5.3 贮运

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，不应与食物、种子、饲料混放，避免与皮肤、眼睛接触，防止由口鼻吸入。

5.4 安全

绿麦隆是一种低毒类除草剂。使用本品应戴好防护用具，使用后应立即用肥皂和水洗净。如该药误入眼睛或接触皮肤，应用大量清水冲洗；若误食中毒，应立即灌喂大量的清水催吐并送医院对症治疗。

5.5 质量保证期

在规定的贮运条件下，绿麦隆可湿性粉剂的质量保证期，从生产日期算起为两年。

附录 A

(资料性附录)

绿麦隆及杂质的其他名称、结构式和基本物化参数

本产品有效成分绿麦隆的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

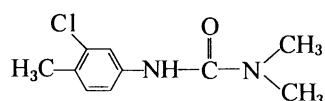
ISO 通用名称:Chlorotoluron

CIPAC 数字代码:217

CAS 登录号:15545-48-9

化学名称:1,1-二甲基-3-(3-氯-4-甲基苯基)脲

结构式:



实验式: $C_{10}H_{13}ClN_2O$

相对分子质量:212.7

生物活性:除草

熔点:148.1 °C

蒸气压:0.005 mPa(25 °C)

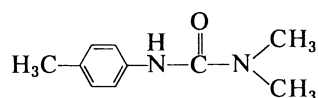
溶解度(25 °C, g/L):水 0.074、丙酮 54、二氯甲烷 51、乙醇 48、甲苯 3、正己烷 0.06、正辛醇 21、乙酸乙酯 21

稳定性:对光和紫外线稳定,遇强酸或强碱慢慢分解。

本标准中杂质的名称和结构式如下:

化学名称:1,1-二甲基-3-(4-甲基苯基)脲

结构式:



化学名称:1-甲基-3-(3-氯-4-甲基苯基)脲

结构式:

