

ICS 65. 100. 20
G 26
备案号: 13183—2004

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG 3718—2003

氯嘧磺隆可湿性粉剂

Chlorimuron-ethyl wettable powders

2004-01-09 发布

2004-05-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 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:大连瑞泽农药股份有限公司。

本标准主要起草人:王玉范、邢红、王天斌、史洪刚、王大春。

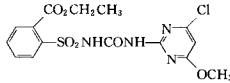
氯嘧磺隆可湿性粉剂

该产品有效成分氯嘧磺隆的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO 通用名称：Chlorimuron-ethyl

化学名称：3-(4-氯-6-甲氧基嘧啶-2-基)-1-(2-乙氧基甲酰基苯基)磺酰胺

结构式：



实验式： $C_{15}H_{13}N_4O_6ClS$

相对分子质量：414.8(按 1997 国际相对原子质量计)

生物活性：除草

熔点： $185^{\circ}C \sim 187^{\circ}C$

蒸气压：0.49 Pa

溶解度($25^{\circ}C$, g/L)：水 0.011~0.012(pH=5~7)，二氯甲烷>200，己烷<0.1，异丙醇、甲苯50~100

稳定性($25^{\circ}C$)：水中，pH=5 时，DT 为 17 d~25 d

1 范围

本标准规定了氯嘧磺隆可湿性粉剂的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由符合标准的氯嘧磺隆原药、填料及适宜的助剂加工而成的氯嘧磺隆可湿性粉剂。

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 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 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

3 要求

3.1 组成和外观

本品应由符合标准的氯嘧磺隆原药制成，应为均匀疏松粉末，不应有团块。

3.2 技术指标

氯嘧磺隆可湿性粉剂应符合表 1 要求。

表 1 氯噻磺隆可湿性粉剂控制项目指标

项 目	指 标		
	10%	20%	25%
氯噻磺隆质量分数, %	10.0 ^{+1.0} _{-0.5}	20.0 ^{+1.0} _{-0.5}	25.0 ^{+1.0} _{-0.5}
悬浮率, %	≥	80	
pH 值范围	5.0~9.0		
润湿时间, s	≤	90	
细度(通过 44 μm 标准筛), %	≥	98	
持久泡沫量(放置 1 min), mL	≤	25	
热贮存稳定性试验 ^a	合格		
^a 正常生产时,热贮存稳定性试验每三个月至少检验一次。			

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——本鉴别试验可与氯噻磺隆含量的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液某两色谱峰的保留时间与标样溶液中氯噻磺隆色谱峰的保留时间,其相对差值分别应在 1.5% 以内。

4.3 氯噻磺隆质量分数的测定

4.3.1 方法提要

试样用甲醇溶液溶解,以乙腈+甲醇+水+冰乙酸为流动相,使用以 ODS Hypersil 为填料的不锈钢柱和紫外检测器(236 nm),对试样中的氯噻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

水:新蒸二次蒸馏水;

乙腈:色谱级;

甲醇:色谱级;

冰乙酸:分析级;

氯噻磺隆标样:已知氯噻磺隆质量分数≥99.0%。

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:200 mm×4.6 mm(id)不锈钢柱,内装 ODS Hypersil,5 μm 的填充物(或具等同效果的色谱柱);

过滤器:滤膜孔径约 0.45 μm;

微量进样器:50 μL;

定量进样阀:10 μL;

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：甲醇：水：冰乙酸)=45：15：40：0.1,经滤膜过滤,并进行脱气；

流量：1.0 mL/min；

柱温：室温(温差变化应不大于 2℃)；

检测波长：236 nm；

进样体积：10 μ L；

保留时间：氯嘧磺隆约 7.5 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。典型的氯嘧磺隆可湿性粉剂高效液相色谱图见图 1。

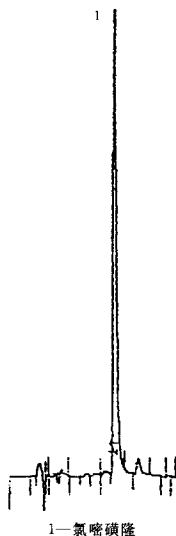


图 1 氯嘧磺隆可湿性粉剂的高效液相色谱图

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液的制备

称取氯嘧磺隆标样 0.1 g(精确至 0.000 2 g),置于 100 mL 容量瓶中,用适量甲醇溶解,在超声波浴槽中振荡 10 min 使其溶解,恢复至室温后,用甲醇溶液稀释至刻度,摇匀;用移液管移取 10 mL 上述溶液于另一 100 mL 容量瓶中,用甲醇溶液稀释至刻度,摇匀;用 0.45 μ m 孔径滤膜过滤。

4.3.5.2 试样溶液的制备

称取含氯嘧磺隆 0.1 g 的试样(精确至 0.000 2 g),置于 100 mL 容量瓶中,用适量甲醇溶解,在超声波浴槽中振荡 10 min 使其溶解,恢复至室温后,用甲醇溶液稀释至刻度,摇匀;用移液管移取 10 mL 上述溶液于另一 100 mL 容量瓶中,用甲醇溶液稀释至刻度,摇匀。

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,直至相邻两针氯嘧磺隆峰面积相对变化小于 1.5%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。

4.3.6 计算

试样中氯嘧磺隆的质量分数 w_1 (%)按式(1)计算:

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

式中：

A_1 ——标样溶液中，氯磺磺隆峰面积的平均值；

A_2 ——试样溶液中，氯磺磺隆峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量的数值，单位为克(g)；

m_2 ——试样的质量的数值，单位为克(g)；

ρ ——标样中氯磺磺隆的质量分数，数值以%表示。

4.3.7 允许差

两次平行测定结果之差，10%可湿性粉剂，应不大于0.5%；20%和25%可湿性粉剂，应不大于1.0%。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。称取含氯磺磺隆0.1g试样(精确至0.0002g)。将剩余的1/10悬浮液沉淀物转移至100mL容量瓶中，用60mL甲醇分3次将量筒内剩余的25mL悬浮液及沉淀物全部洗入100mL容量瓶中，在超声波浴槽中振荡10min恢复至室温，定容，摇匀；用0.45μm孔径滤膜过滤，按

4.3测定氯磺磺隆质量，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 pH值的测定

按GB/T 1601测定。

4.6 润湿时间的测定

按GB/T 5451进行。

4.7 细度

按GB/T 16150中“湿筛法”进行。

4.8 持久泡沫量的测定

4.8.1 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。

4.8.2 试剂

标准硬水： $\rho(\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}) = 342 \text{ mg/L}$ ，按GB/T 14825配制。

4.8.3 仪器

具塞量筒：100mL，量筒100mL刻度与塞底之间体积不大于40mL，也不小于35mL，量筒应洁净无油脂。

4.8.4 测定步骤

称取0.50g(精确至0.001g)的试样，置于盛有95mL标准硬水的刻度量筒中，然后加水至100mL刻度线。盖上塞后将量筒上下(180℃)翻转30次(每次在2s内完成)。于试验台上静置1min，记录泡沫体积。

4.9 加速贮存试验

4.9.1 仪器

恒温箱： $54^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ ；

烧杯：250mL，内径6cm~6.5cm；

圆盘：直径大小应与烧杯配套，恰好产生2.45kPa的平均压力。

4.9.2 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,置于恒温箱中,贮存 14 d。取出烧杯,放入干燥器中,使试样冷却至室温,在 24 h 内按 4.3、4.4 测定氯嘧磺隆含量、悬浮率。测定结果氯嘧磺隆质量分数允许降至贮前的 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。极限数值处理,采用修约值比较法。

5 标志、标签、包装、贮运

5.1 氯嘧磺隆可湿性粉剂的标志、标签和包装,应符合 GB 3796 的规定。

5.2 氯嘧磺隆可湿性粉剂用铝箔袋包装,每袋净含量为 4 g(25%氯嘧磺隆可湿性粉剂)、5 g(20%氯嘧磺隆可湿性粉剂);中包装用聚乙烯袋包装,每包净含量为 0.5 kg;外包装可用纸箱、瓦楞纸板箱或铝塑箱,每箱净含量不超过 10 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 氯嘧磺隆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:氯嘧磺隆为低毒除草剂,可通过皮肤渗入。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,从生产日期算起为二年。一年内氯嘧磺隆可湿性粉剂应符合本标准要求。一年至二年内悬浮率大于等于 75%,其他指标仍符合本标准要求。