



中华人民共和国国家标准

GB 28127—2011

氯磺隆原药

Chlorsulfuron technical material

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 391/TC(2003)《氯磺隆原药》(Chlorsulfuron technical material)。

本标准与 FAO specification 391/TC(2003)《氯磺隆原药》(Chlorsulfuron technical material)的主要技术差异及原因如下:

——本标准增加了对水质量分数、pH 值范围、丙酮不溶物质量分数的控制,指标项目更加全面,符合国内农药登记的相关要求,FAO 规格未控制这三项指标。

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。

本标准负责起草单位:沈阳化工研究院有限公司。

本标准参加起草单位:江苏省激素研究所股份有限公司、沈阳丰收农药有限公司。

本标准主要起草人:姜敏怡、邢君、孔繁蕾、汪洋。

氯 磺 隆 原 药

1 范围

本标准规定了氯磺隆原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运及验收期。

本标准适用于由氯磺隆及其生产中产生的杂质组成的氯磺隆原药。

注：氯磺隆的其他名称、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 19138 农药丙酮不溶物的测定方法

3 要求

3.1 外观

白色粉状固体。

3.2 技术指标

氯磺隆原药应符合表 1 要求。

表 1 氯磺隆原药控制项目指标

| 项 目 | 指 标 |
|---|-------------|
| 氯磺隆质量分数/% | \geq 95.0 |
| 水分质量分数/% | \leq 0.5 |
| pH 值范围 | 3.0~6.0 |
| 丙酮不溶物质量分数 ^a /% | \leq 0.5 |
| ^a 正常生产时,丙酮不溶物质量分数每三个月至少测定一次。 | |

4 试验方法

4.1 抽样

按 GB/T 1605—2001 中“商品原药采样”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 100 g。

4.2 鉴别试验

下列方法可任选其一。当用一种方法不能鉴别时,应再使用另一种方法加以确定。

红外光谱法——试样与氯磺隆标样在 $4\ 000\ \text{cm}^{-1} \sim 400\ \text{cm}^{-1}$ 的红外吸收光谱图应没有明显区别。氯磺隆标样红外光谱图见图 1。

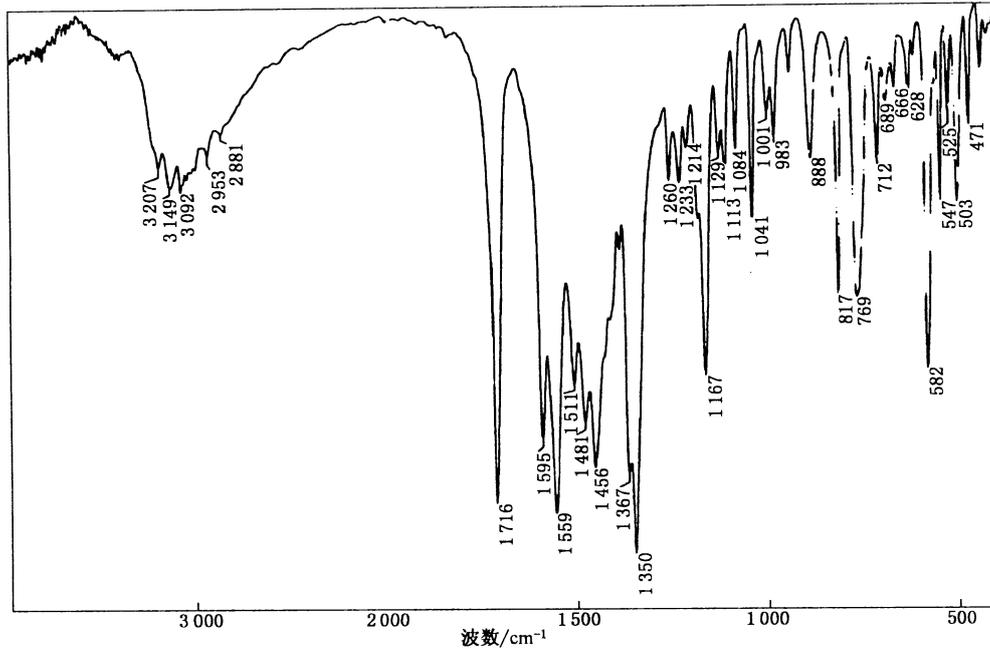


图 1 氯磺隆标样的红外光谱图

高效液相色谱法——本鉴别试验可与氯磺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氯磺隆标样溶液中氯磺隆色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

4.3 氯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,以乙腈+水+冰乙酸为流动相,使用以 Nova-Pak C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器(230 nm),对试样中的氯磺隆进行高效液相色谱分离和测定。

4.3.2 试剂和溶液

甲醇:色谱纯;

乙腈:色谱纯;

乙酸;

水:新蒸二次蒸馏水;

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

氨水溶液: $\Psi(\text{氨水} : \text{水}) = 1 : 300$;

氨水甲醇溶液: $\Psi(\text{氨水溶液} : \text{甲醇}) = 1 : 4$;

氯磺隆标样:已知氯磺隆质量分数, $w \geq 98.0\%$ 。

4.3.3 仪器

高效液相色谱仪:具有可变波长紫外检测器;

色谱数据处理机或工作站;

色谱柱:150 mm×3.9 mm(i. d.)不锈钢柱,内装 Nova-Pak C₁₈、5 μm 填充物(或同等效果的色谱柱);

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:Ψ(乙腈:水:冰乙酸)=40:60:0.5;

流速:1.0 mL/min;

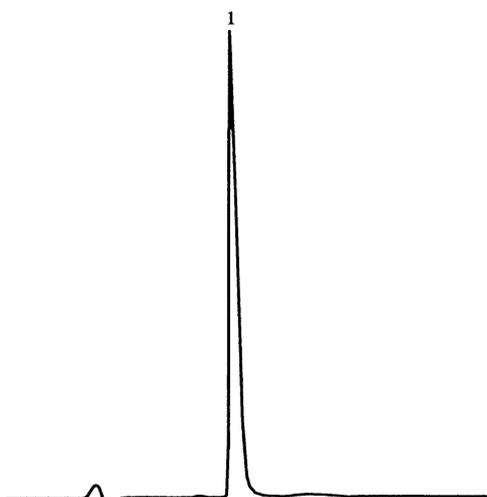
柱温:室温(温差变化应不大于 2 ℃);

检测波长:230 nm;

进样体积:5 μL;

保留时间:氯磺隆约 4.3 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。典型的氯磺隆原药高效液相色谱图见图 2。



1—氯磺隆。

图 2 氯磺隆原药的高效液相色谱图

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液的制备

称取 0.05 g 氯磺隆标样(精确至 0.000 2 g),置于 100 mL 容量瓶中,用氨水甲醇溶液稀释至刻度,超声波振荡 5 min 使试样溶解,冷却至室温,摇匀。

4.3.5.2 试样溶液的制备

称取含氯磺隆 0.05 g 的试样(精确至 0.000 2 g),置于 100 mL 容量瓶中,用氨水甲醇溶液稀释至刻度,超声波振荡 5 min 使试样溶解,冷却至室温,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。

4.3.6 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氯磺隆峰面积分别进行平均。试样中氯磺隆的质量分数按式(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 —— 试样中氯磺隆的质量分数,以 % 表示;
- A_2 —— 试样溶液中,氯磺隆峰面积的平均值;
- m_1 —— 氯磺隆标样的质量,单位为克(g);
- w —— 氯磺隆标样的质量分数,以 % 表示;
- A_1 —— 标样溶液中,氯磺隆峰面积的平均值;
- m_2 —— 试样的质量,单位为克(g)。

4.3.7 允许差

氯磺隆质量分数两次平行测定结果之差应不大于 1.2%,取其算术平均值作为测定结果。

4.4 水分质量分数的测定

按 GB/T 1600 中卡尔·费休法进行。

4.5 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.6 丙酮不溶物质量分数的测定

按 GB/T 19138 进行。

4.7 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、安全、验收期

5.1 标志、标签、包装

氯磺隆原药的标志、标签和包装,应符合 GB 3796 的规定。氯磺隆原药应用编织袋内衬清洁的塑料袋或纤维桶内衬清洁的塑料袋包装,每袋、每桶净含量一般为 25 kg。也可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。

5.2 贮运

氯磺隆原药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。

5.3 安全

本品属低毒磺酰脲类除草剂。吞噬和吸入均有毒，可经皮肤渗入。使用本品时要避免与皮肤接触，施药后应用肥皂和清水冲洗。中毒者应立即送医院对症治疗。

5.4 验收期

氯磺隆原药验收期为1个月。从交货之日起，在一个月內完成产品质量验收，其各项指标均应符合标准要求。

附录 A
(资料性附录)

氯磺隆的其他名称、结构式和基本物化参数

本产品有效成分氯磺隆的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

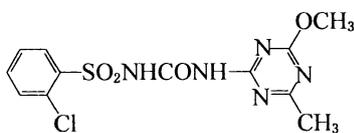
ISO 通用名称：Chlorsulfuron

CAS 登录号：64902-72-3

CIPAC 数字代码：391

化学名称：1-(2-氯苯磺酰基)-3-(4-甲氧基-6-甲基-1,3,5-三嗪-2-基)脲

结构式：



实验式： $C_{12}H_{12}ClN_5O_4S$

相对分子质量：357.8

生物活性：除草

熔点：约 174 °C ~ 178 °C

蒸气压(25 °C)：3 nPa

溶解度(22 °C, g/L)：丙酮 57；二氯甲烷 102；甲醇 14；甲苯 3；己烷 0.01；水中 0.1 ~ 0.125(25 °C, pH4.1)、0.3(25 °C, pH5)

稳定性：在干燥的情况下，对光稳定；在土壤中，因水解和微生物降解而破坏；土壤中半衰期为 150 d ~ 160 d。