



中华人民共和国国家标准

GB 23553—2009

扑草净可湿性粉剂

Prometryn 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 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。

本标准的附录 A 是资料性附录。

本标准自实施之日起,原行业标准 HG 2202—1991《扑草净可湿性粉剂》作废。

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:云南省化工研究院。

本标准主要起草人:王玉范、张雪冰、陈萌、梁雪松。

扑草净可湿性粉剂

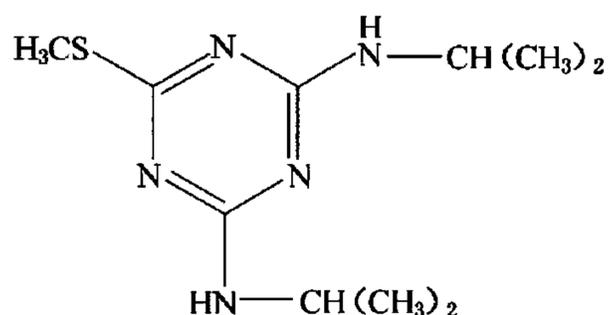
该产品有效成分扑草净的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO 通用名称：prometryn

CIPAC 数字代码：93

化学名称：4,6-双异丙胺基-2-甲硫基均三嗪

结构式：



实验式： $C_{10}H_{19}N_5S$

相对分子质量：241.4(按 2005 年国际相对原子质量计)

生物活性：除草

熔点： $118\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 120\text{ }^{\circ}\text{C}$

蒸气压($20\text{ }^{\circ}\text{C}$)：0.133 mPa

溶解度($20\text{ }^{\circ}\text{C}$)：水 33 mg/L；丙酮中 240 g/L；二氯甲烷中 300 g/L；己烷中 5.5 g/L；甲醇中 160 g/L；辛醇中 100 g/L；甲苯中 170 g/L。

稳定性：在中性、微酸或微碱介质中($20\text{ }^{\circ}\text{C}$)对水解稳定。本品为碱性，土壤中 DT_{50} 40 d~70 d

1 范围

本标准规定了扑草净可湿性粉剂的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由扑草净原药、适宜的助剂和填料加工而成的扑草净可湿性粉剂。

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—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

3 要求

3.1 组成和外观

本品应由符合标准的扑草净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

扑草净可湿性粉剂应符合表 1 要求。

表 1 扑草净可湿性粉剂质量控制项目指标

项 目	指 标		
	50%	40%	25%
扑草净质量分数/%	50.0 ^{+2.5} _{-2.5}	40.0 ^{+2.0} _{-2.0}	25.0 ^{+1.5} _{-1.5}
水分/% ≤	3.0		
pH 值范围	6.0~10.0		
悬浮率/% ≥	70		
润湿时间/s ≤	120		
细度(通过 45 μm 试验筛)/% ≥	98		
热贮稳定性试验 ^a	合格		
^a 正常生产时,热贮稳定性试验每 3 个月至少测定一次。			

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

气相色谱法——本鉴别试验可与扑草净质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中某个色谱峰的保留时间与标样溶液中扑草净的色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

4.3 扑草净质量分数的测定

4.3.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解,以三唑酮为内标物,使用内壁键合聚乙二醇 20 M 的毛细管色谱柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的扑草净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;

三唑酮:应不含有干扰分析的杂质, $w \geq 95\%$;

扑草净标样:已知扑草净质量分数 $w \geq 99.0\%$;

内标溶液:称取 8.6 g 三唑酮,置于 1 000 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,内壁键合聚乙二醇 20 M,膜厚 0.25 μm;

微量进样器:10 μL 。

4.3.4 气相色谱操作条件

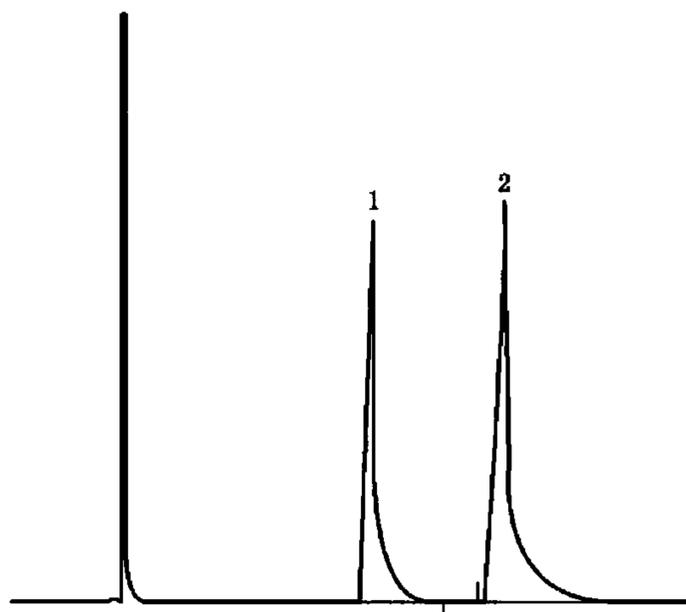
温度($^{\circ}\text{C}$)柱温:195、气化室:230、检测室:230;

气体流速(mL/min):载气(氮气)2.0、氢气 30、空气 300;

进样体积(μL):1.0;

保留时间(min):扑草净约 4.2,内标物(三唑酮)约 5.6。

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。典型的扑草净可湿性粉剂与内标物的气相色谱图见图 1。



1——扑草净;
2——内标物(三唑酮)。

图 1 扑草净可湿性粉剂与内标物的气相色谱图

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液的配制

称取扑草净标样 0.1 g(精确至 0.000 2 g),置于 15 mL 具塞玻璃瓶中,用移液管移入 10 mL 内标溶液,摇匀。

4.3.5.2 试样溶液的配制

称取约含扑草净 0.1 g 的试样(精确至 0.000 2 g),置于 15 mL 具塞玻璃瓶中,用 4.3.5.1 中使用的同一支移液管移入 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,计算各针扑草净与内标物峰面积之比的重复性,待相邻两针扑草净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。

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扑草净与内标物的峰面积比分别进行平均。试样中扑草净的质量分数 w_1 (%),按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot w}{r_1 \cdot m_2} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

r_1 ——标样溶液中,扑草净与内标物峰面积比的平均值;

r_2 ——试样溶液中,扑草净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 ——扑草净标样的质量分数,以%表示。

4.3.7 允许差

两次平行测定结果之差,25%应不大于0.5%,50%和40%应不大于1.0%,分别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“共沸蒸馏法”进行。

4.5 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.6 悬浮率的测定

称取含扑草净 0.4 g 的试样(精确至 0.000 2 g),按 GB/T 14825—2006 中 4.1 进行。将量筒底部 25 mL 悬浮液和沉淀物在水浴中蒸干,恢复至室温后再按 4.3 测定扑草净质量分数,计算其悬浮率。

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 中的“湿筛法”进行。

4.9 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136 中“粉体制剂”进行。热贮后扑草净质量分数应不低于贮前扑草净质量分数的 97%,悬浮率应符合标准要求。

4.10 产品的检验与验收

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 扑草净可湿性粉剂的标志、标签和包装,应符合 GB 3796 的规定。

5.2 扑草净可湿性粉剂采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 20 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。

5.3 扑草净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:扑草净属低毒除草剂。使用本品应带防护手套。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。

5.6 保证期:在规定的贮运条件下,扑草净可湿性粉剂的保证期,从生产日期算起为 2 年。

附录 A

(资料性附录)

扑草净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,以三唑酮为内标物,使用聚乙二醇 20 M/Gas Chrom Q 填充色谱柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的扑草净进行气相色谱分离和测定。

A.2 试剂和溶液

三氯甲烷;

三唑酮:应不含有干扰分析的杂质, $w \geq 95\%$;

扑草净标样:已知扑草净质量分数 $w \geq 99.0\%$;

内标溶液:称取 10.0 g 的三唑酮,置于 1 000 mL 容量瓶中,用三氯甲烷溶解并稀释至刻度,摇匀。

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:3%聚乙二醇 20 M/Gas Chrom Q(80 目~100 目)不锈钢柱(或玻璃柱);

微量进样器:10 μL 。

A.4 气相色谱操作条件

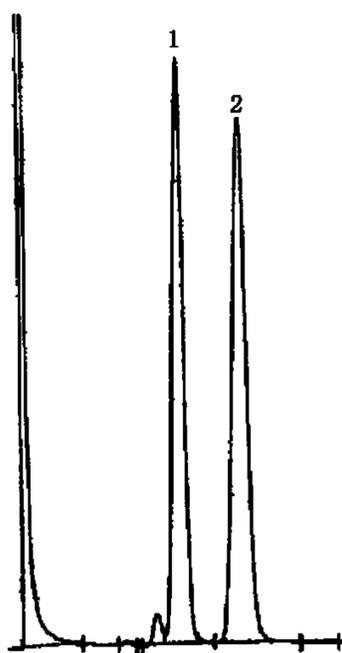
温度($^{\circ}\text{C}$):柱温 200,气化室 230,检测器室 230;

气体流量(mL/min):载气(N_2)80、氢气 40、空气 400;

进样量(μL):1.0;

保留时间(min):扑草净约 5.2,内标物约 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。典型的扑草净原药与内标物填充柱气相色谱图见图 A.1。



1——扑草净;

2——内标物(三唑酮)。

图 A.1 扑草净可湿性粉剂与内标物填充柱气相色谱图

A.5 测定步骤

A.5.1 标样溶液的配制

称取扑草净标样 0.1 g(精确至 0.000 2 g),置于 15 mL 具塞玻璃瓶中,用移液管准确移入 10 mL 内标溶液,摇匀。

A.5.2 试样溶液的配制

称取约含扑草净 0.1 g 的试样(精确至 0.000 2 g),置于 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 内标溶液,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,计算各针扑草净与内标物峰面积之比的重复性,待相邻两针扑草净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扑草净和内标物的峰面积比分别进行平均。试样中扑草净的质量分数 w_1 (%)按式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot w}{r_1 \cdot m_2} \dots\dots\dots(A.1)$$

式中:

r_1 ——标样溶液中,扑草净与内标物峰面积比的平均值;

r_2 ——试样溶液中,扑草净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 ——扑草净标样的质量分数,以%表示。

A.7 允许差

两次平行测定结果之差,25%应不大于 0.5%,50%和 40%应不大于 1.0%,分别取其算术平均值作为测定结果。

