



中华人民共和国国家标准

GB 28154—2011

75%烟嘧磺隆水分散粒剂

75% Nicosulfuron water dispersible granules

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 规格 709/WG(May 2006)《烟嘧磺隆水分散粒剂》。

本标准与 FAO 规格 709/WG(May 2006)《烟嘧磺隆水分散粒剂》的主要技术差异及原因如下:

- 本标准规定悬浮率 $\geq 80\%$,FAO 规格规定悬浮率 $\geq 70\%$;
- 本标准规定分散性(1 min 后) $\geq 90\%$,FAO 规格规定分散性(1 min 后) $\geq 70\%$;
- 本标准规定持久起泡性(1 min 后泡沫量)为 ≤ 40 mL,FAO 规格规定持久起泡性为(1 min 后) ≤ 60 mL;
- 本标准规定粒度(250 μm ~1 180 μm) $\geq 95\%$,FAO 规格规定控制粉尘和流动性两项指标,鉴于目前这两项尚无测试方法,本标准用产品粒度替代粉尘和流动性两项指标;
- 本标准控制水分质量分数和 pH 值范围两项指标,FAO 规格未控制这两项指标。

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联合会提出。

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:安徽丰乐农化有限责任公司、淄博新农基农药化工有限公司、合肥久易农业开发有限公司、江苏瑞禾化学有限公司、江苏快达农化股份有限公司。

本标准主要起草人:于亮、马亚光、金劲松、田俊生、沈运河、虞国新、陈杰。

75%烟嘧磺隆水分散粒剂

1 范围

本标准规定了烟嘧磺隆水分散粒剂的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运、保证期。

本标准适用于由烟嘧磺隆原药、载体和助剂加工而成的烟嘧磺隆水分散粒剂。

注：烟嘧磺隆的其他名称、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 5451 农药可湿性粉剂润湿性测定方法

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987, MOD)

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

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

本品应为符合标准的烟嘧磺隆原药与适宜的助剂和填料加工制成，为干的、能自由流动的固体颗粒，基本无粉末，无可见的外来杂质和硬块。

3.2 技术指标

烟嘧磺隆水分散粒剂还应符合表 1 要求。

表 1 烟嘧磺隆水分散粒剂控制项目指标

项 目	指 标
烟嘧磺隆质量分数/%	75.0 $\pm$ 2.5
水分质量分数/% $\leq$	3.0
pH 值范围	4.0~7.0

表 1 (续)

项 目	指 标
润湿时间/s	≤ 20
细度(通过 75 μm 试验筛)/%	≥ 98
悬浮率/%	≥ 80
粒度(250 μm~1 180 μm)/%	≥ 95
分散性/%	≥ 90
持久起泡性(1 min 后泡沫量)/mL	≤ 40
热贮稳定性 ^a	合格
^a 正常生产时,热贮稳定性试验每三个月至少测定一次。	

4 试验方法

安全提示:使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规的规定。

4.1 一般规定

本标准所用试剂和水在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中的 4.3.3 修约值比较法进行。

4.2 抽样

按 GB/T 1605—2001 中“商品固体制剂采样”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 1 000 g。

4.3 鉴别试验

液相色谱法——本鉴别试验可与烟嘧磺隆质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中某个色谱峰的保留时间与标样溶液中烟嘧磺隆的色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.2% 以内。

4.4 烟嘧磺隆质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样用乙腈氨水溶液溶解,以乙腈+水+冰乙酸为流动相,使用以 Symmetry C₁₈ 为填料的不锈钢柱和紫外检测器(240 nm),对试样中的烟嘧磺隆进行高效液相色谱分离和测定。

4.4.2 试剂和溶液

- 乙腈(色谱纯);
- 水:新蒸二次蒸馏水;
- 冰乙酸;
- 氨水(NH₃·H₂O): $w(\text{NH}_3)=26\%\sim30\%$;

氨水溶液： $\Psi(\text{H}_2\text{O} : \text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}) = 300 : 1$ ；

乙腈氨水溶液： $\Psi(\text{乙腈} : \text{氨水溶液}) = 50 : 50$ ；

烟嘧磺隆标样：已知烟嘧磺隆质量分数 $w \geq 97.0\%$ (在 $105\text{ }^\circ\text{C}$ 下，烘干 1 h 后使用)。

4.4.3 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： $250\text{ mm} \times 4.6\text{ mm}$ (i. d.) 不锈钢柱，内装 Symmetry C_{18} 、 $5\text{ }\mu\text{m}$ 填充物 (或同等效果的色谱柱)；

过滤器：滤膜孔径约 $0.45\text{ }\mu\text{m}$ ；

微量进样器： $50\text{ }\mu\text{L}$ ；

定量进样管： $5\text{ }\mu\text{L}$ ；

超声波清洗器。

4.4.4 高效液相色谱操作条件

流动相： $\Psi(\text{CH}_3\text{CN} : \text{H}_2\text{O}) = 40 : 60$ ，冰乙酸调 pH 值至 3.0 ；

流速： 1.0 mL/min ；

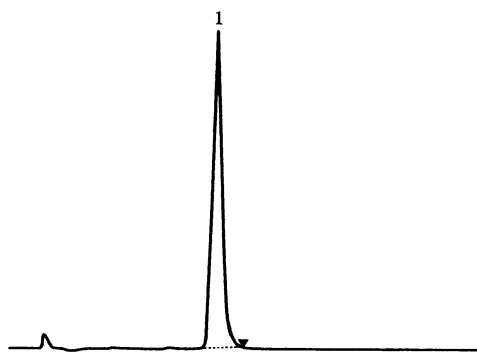
柱温：室温 (温差变化应不大于 $2\text{ }^\circ\text{C}$)；

检测波长： 240 nm ；

进样体积： $5\text{ }\mu\text{L}$ ；

保留时间：烟嘧磺隆约 6.0 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。典型的烟嘧磺隆水分散粒剂高效液相色谱图见图 1。



1——烟嘧磺隆。

图 1 烟嘧磺隆水分散粒剂的高效液相色谱图

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的制备

称取 0.05 g 烟嘧磺隆标样 (精确至 $0.000\text{ }2\text{ g}$)，置于 50 mL 容量瓶中，加入 40 mL 乙腈氨水溶液，超声波振荡 5 min 使试样溶解，冷却至室温，摇匀，用乙腈氨水稀释至刻度。用移液管移取上述溶液 10 mL 于 50 mL 容量瓶中，用乙腈氨水溶液稀释至刻度，摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的制备

称取含烟嘧磺隆 0.05 g 的试样 (精确至 $0.000\text{ }2\text{ g}$)，置于 50 mL 容量瓶中，加入 40 mL 乙腈氨水溶

液,超声波振荡 5 min 使试样溶解,冷却至室温,摇匀,用乙腈氨水稀释至刻度。用移液管移取上述溶液 10 mL 于 50 mL 容量瓶中,用乙腈氨水溶液稀释至刻度,摇匀。

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,直至相邻两针烟嘧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。

4.4.6 计算

试样中烟嘧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 ——试样中烟嘧磺隆质量分数,以%表示;
- A_2 ——试样溶液中,烟嘧磺隆峰面积的平均值;
- m_1 ——标样的质量,单位为克(g);
- w ——烟嘧磺隆标样的质量分数,以%表示;
- A_1 ——标样溶液中,烟嘧磺隆峰面积的平均值;
- m_2 ——试样的质量,单位为克(g)。

4.4.7 允许差

烟嘧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。

4.5 水分的测定

按 GB/T 1600 中的“共沸蒸馏法”进行。

4.6 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.7 悬浮率的测定

按 GB/T 14825—2006 中 4.1 进行。称取含烟嘧磺隆 0.1 g 的试样(精确至 0.000 1g),将剩余的 1/10 悬浮液及沉淀物转移至 100 mL 容量瓶中,用 60 mL 乙腈氨水溶液分 3 次将 25 mL 的剩余物全部洗入 100 mL 容量瓶中,在超声下振荡 5 min,恢复至室温,定容,摇匀,过滤后,按 4.4 测定烟嘧磺隆的质量,计算其悬浮率。

4.8 润湿时间的测定

按 GB/T 5451 进行。

4.9 细度的测定

按 GB/T 16150 中的“湿筛法”进行。

4.10 粒度的测定

4.10.1 仪器

标准筛组:孔径为(250 μm ~1 480 μm);

振筛机:振幅 25 mm,1 400 次/min。

4.10.2 测定步骤

将标准筛上下叠装,大粒径筛置于小粒径筛上面,筛下装承接盘,同时将组合好的筛组固定在振筛机上,准确称取颗粒剂试样 100 g(精确至 0.1 g),置于上面筛上,加盖密封,启动振筛机振荡 5 min,收集规定粒径范围内筛上物,称量(精确至 0.1 g)。

4.10.3 计算

试样的粒度按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

w_2 ——试样的粒度,以%表示;

m_1 ——规定粒径范围内筛上物质量,单位为克(g);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

4.11 分散性的测定

4.11.1 方法提要

将一定量的水分散粒剂加入规定的水中,搅拌混合,制成悬浮液,静置一段时间后,去除顶部 9/10 的悬浮液,将底部 1/10 悬浮液和沉淀烘干,用重量法进行测定。

4.11.2 试剂和仪器

标准硬水: $\rho(\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}) = 342 \text{ mg/L}$, pH=6.0~7.0,按 GB/T 14825—2006 配制;

烧杯:1 000 mL,内径为 $(102 \pm 2) \text{ mm}$;

电动搅拌机:可控制速度 $(0 \sim 1\,000) \text{ r/min}$;

不锈钢搅拌棒:带有 4 个固定搅拌叶片的螺旋桨式搅拌棒,叶片之间角度为 45° (见图 2);

旋转真空蒸发器;

秒表。

单位为毫米

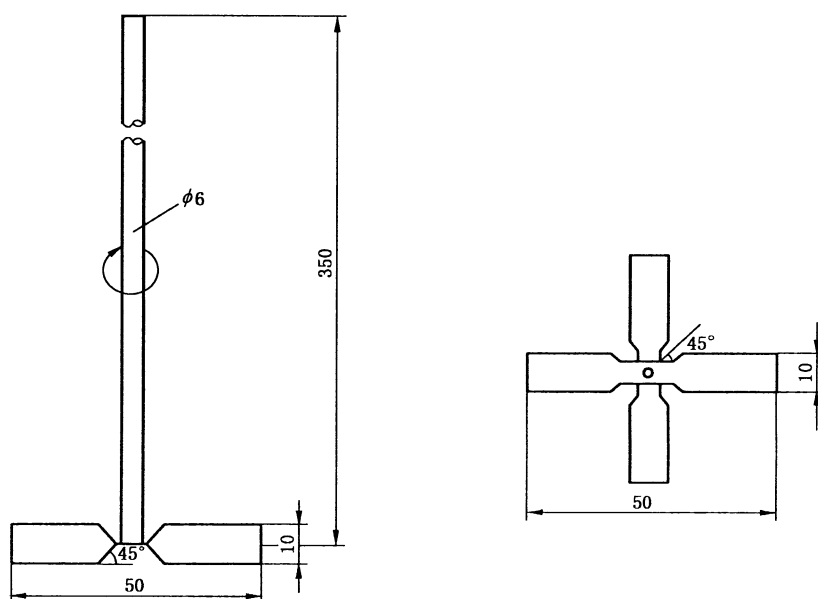


图 2 不锈钢搅拌棒

4.11.3 测定步骤

在 $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下,于烧杯中加入 900 mL 标准硬水,将搅拌棒固定在烧杯中央,搅拌棒叶片距烧杯底部 15 mm,搅拌棒叶片间距和旋转方向能保证搅拌棒推进液体向上翻腾,以 300 r/min 的速度开启搅拌器,将 9 g 水分散粒剂样品(精确至 0.1 g)加入搅拌的水中,继续搅拌 1 min。关闭搅拌,让悬浮液静置 1 min,抽出 9/10 的悬浮液(810 mL),整个操作应在 30 s~60 s 内完成,并保持玻璃细管的尖端始终在液面下,且尽量不搅动悬浮液,用旋转真空蒸发器蒸掉 90 mL 剩余悬浮液中的水分,在 $90\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 100\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥至恒重,称量(精确至 0.1 g)。

4.11.4 计算

试样的分散性按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{10(m - m_1)}{9m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

w_3 ——试样的分散性,以%表示;

m ——所取试样的质量,单位为克(g);

m_1 ——干燥后残余物的质量,单位为克(g)。

4.12 持久起泡性试验

4.12.1 方法提要

将规定量的试样与标准硬水混合,静置后记录泡沫体积。

4.12.2 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。

4.12.3 仪器和器具

具塞量筒:250 mL(分度值 2 mL,0~250 mL 刻度线 20 cm~21.5 cm,250 mL 刻度线到塞子底部 4 cm~6 cm);

工业天平:感量 0.1 g。

4.12.4 测定步骤

在量筒中加入 180 mL 标准硬水,在量筒中称入试样 1.0 g(精确至 0.1 g),加标准硬水至距离量筒塞底部 9 cm 的刻度线处,盖上塞子,以量筒底部为中心,上下颠倒 30 次(每次 2 s)。放在试验台上静置 1 min,记录泡沫体积。

4.13 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136 中“固体制剂”进行。热贮后烟嘧磺隆质量分数应不低于贮前的 95%,悬浮率仍应符合标准要求为合格。

4.14 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。

5 标志、标签、包装、贮运、安全、保证期

5.1 标志、标签、包装

烟嘧磺隆水分散粒剂的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定；烟嘧磺隆水分散粒剂应用编织袋内衬清洁的塑料袋或纸板桶内衬清洁的塑料袋包装，每袋、每桶净含量一般为 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。

5.2 贮运

烟嘧磺隆水分散粒剂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

本品属中等毒性除草剂。吞噬和吸入均有毒，可经皮肤渗入。使用本品时要戴防护镜和胶皮手套，穿必要的防护衣物。施药后应用肥皂和清水冲洗。误服者应立即送医院对症治疗。

5.4 保证期

保证期：在规定的贮运条件下，烟嘧磺隆水分散粒剂的保证期，从生产日期起为两年。

附录 A

(资料性附录)

烟嘧磺隆的其他名称、结构式和基本物化参数

本产品有效成分烟嘧磺隆的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

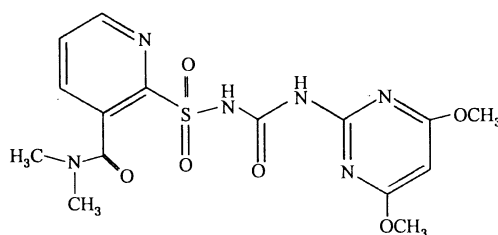
通用名称：烟嘧磺隆

ISO 通用名称：Nicosulfuron

CAS 登录号：111991-09-4

化学名称：2-(4,6-二甲氧基嘧啶-2-基氨基甲酸酯氨基磺酰)-N,N-二甲基烟酰胺

结构式：



实验式： $C_{15}H_{18}N_6O_6S$

相对分子质量：410.4

生物活性：除草剂

熔点：141 °C~144 °C

蒸气压： 1.6×10^{-11} Pa(20 °C)

溶解度(25 °C, g/kg)：水 3.59(pH=5 缓冲溶液)、12.2(pH=7 缓冲溶液)、39.2(pH=9 缓冲溶液)；丙酮 18；乙醇 4.5；氯仿、二甲基甲酰胺 64；乙腈 23；甲苯 0.37；正己烷<0.02；二氯甲烷 160

稳定性：水溶液在 25 °C 下的 DT_{50} 约 15 d(pH5)，在 pH7、pH9 下稳定。