



中华人民共和国国家标准

GB 28139—2011

70%吡虫啉水分散粒剂

70% Imidacloprid water dispersible granules

中华人民共和国
国家标准
70%吡虫啉水分散粒剂
GB 28139—2011

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址: www.spc.net.cn
总编室: (010) 64776223 发行中心: (010) 51780235
读者服务部: (010) 68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 17 千字
2012年3月第一版 2012年3月第一次印刷
书号: 155066·1-44682

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话: (010) 68510107

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

GB 28139—2011

70%吡虫啉水分散粒剂

1 范围

本标准规定了吡虫啉水分散粒剂的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运和保证期。
本标准适用于由吡虫啉原药、载体和助剂加工而成的吡虫啉水分散粒剂。
注: 吡虫啉的其他名称、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 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吡虫啉原药、载体和助剂制成, 应是干燥的, 能自由流动, 基本无粉尘, 无可见的外来杂质和硬块。

3.2 技术指标

吡虫啉水分散粒剂应符合表 1 要求。

表 1 吡虫啉水分散粒剂控制项目指标

项 目	指 标
吡虫啉质量分数/%	70.0 ^{±1}
水分/%	≤ 2.0
pH 值范围	6.0~9.0

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 582/WG(May 2006)《吡虫啉水分散粒剂》。

本标准与 FAO 规格 582/WG(May 2006)的主要技术差异及原因如下:

- 本标准规定润湿时间为≤60 s, FAO 规格规定润湿时间为≤5 s;
- 本标准规定细度(通过 75 μm 试验筛)为≥98%, FAO 规格规定细度为≥99.9%;
- FAO 规格规定控制粉尘和流动性两项指标, 本标准规定粒度(留在 100 μm 试验筛上)≥90%, 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。本标准指标项目比 FAO 规格全面。

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: 浙江海正化工股份有限公司、上海生农生化制品有限公司、东莞市瑞德丰生物科技有限公司、江苏克胜集团股份有限公司、上海禾本药业有限公司、河北双吉化工有限公司、青岛海利尔药业有限公司、南京红太阳股份有限公司、上海悦联化工有限公司。

本标准主要起草人: 侯春青、管艳坤、王天胜、林军、骆风华、吴静、汪青松、郑跃杰、李学臣、刘崇涛、虞祥发。

表 1 (续)

项 目	指 标
保留时间/s	60
精度(通过 75 μm 试验筛)/%	98
悬浮率/%	90
粒度(留在 100 μm 试验筛上)/%	90
分散性/%	80
持久起泡性(1 min 后泡沫量)/mL	20
热稳定性*	合格

* 正常生产时热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未有注明其他要求时,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“固体剂制样”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 600 g。

4.3 鉴别试验

液相色谱法——本鉴别试验可与吡虫啉质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中各个色峰的保留时间与标准溶液中吡虫啉的色峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

4.4 吡虫啉质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样用流动相溶解,以甲醇+水为流动相,使用以 C₁₈ 为填料的不锈钢柱和紫外检测器,在波长 260 nm 下,对试样中的吡虫啉进行反相高效液相色谱分离和测定,外标法定量。

4.4.2 试剂和溶液

- 甲醇:色谱级;
- 水:新蒸二次蒸馏水;
- 吡虫啉标样:已知质量分数 w₀≥99.0%。

4.4.3 仪器

- 高效液相色谱仪,具有可变波长紫外检测器;
- 色谱数据处理机或色谱工作站;
- 色谱柱:250 mm×4.6 mm(i.d.)不锈钢柱,内装 C₁₈ 5 μm 填充物(或具有同等效应的色谱柱);
- 过滤器:滤膜孔径为 0.45 μm;
- 精密天平:50 g,0.1 mg;
- 定量进样器:5 μL;
- 超声波洗瓶。

4.4.4 高效液相色谱操作条件

- 流动相:φ(甲醇:水)=60:40,经脱气过滤,并进行脱气;
 - 流速:0.8 mL/min;
 - 柱温:室温(温度变化应不大于 2℃);
 - 检测波长:260 nm;
 - 进样体积:5 μL;
 - 保留时间:吡虫啉约 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 70%吡虫啉水分散剂到高效液相色谱图见图 1。

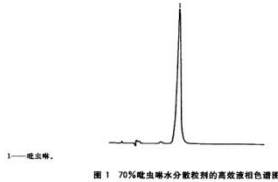


图 1 70%吡虫啉水分散剂到高效液相色谱图

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的制备

称取 0.1 g(精确至 0.000 2 g)吡虫啉标样于 100 mL 容量瓶中,用甲醇定容至刻度,超声波振荡 5 min,使试样溶解,冷却至室温,摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 于 50 mL 容量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的制备

称取含吡虫啉 0.1 g(精确至 0.000 2 g)的试样于 100 mL 容量瓶中,用甲醇定容至刻度,超声波振荡 5 min,使试样溶解,冷却至室温,摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 于 50 mL 容量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

摇 5 min 使试样溶解,冷却至室温,摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 于 50 mL 容量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

4.4.5.3 测定

在上述操作条件下,待仪器稳定后,连续注入数针标准溶液,直至相邻两针吡虫啉峰面积相对变化小于 1.2% 后,按照标准溶液、试样溶液、试样溶液、标准溶液的顺序进行测定。

4.4.5.4 计算

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标准溶液中吡虫啉峰面积分别进行平均。试样中吡虫啉的质量分数按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{A_1 \cdot m_2 - w_0 \cdot A_2}{A_1 \cdot m_1} \quad \text{.....(1)}$$

式中:

- w₁——试样中吡虫啉质量分数;
- A₁——试样溶液中,吡虫啉峰面积的平均值;
- m₁——吡虫啉标样的质量,单位为克(g);
- w₀——吡虫啉标样的质量分数;
- A₂——标准溶液中,吡虫啉峰面积的平均值;
- m₂——标准溶液的质量,单位为克(g)。

4.4.6 允许差

吡虫啉质量分数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。

4.5 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—2008 中 4.1 进行。称取含吡虫啉 0.1 g 的试样(精确至 0.000 2 g),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 甲醇分 3 次将 25 mL 的剩余物全部转入 100 mL 容量瓶中,在超声波振荡 5 min,恢复至室温,定容,摇匀,过滤后,按 4.4 测定吡虫啉的质量,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“筛除法”进行。

4.10 粒度的测定

4.10.1 仪器

标准筛:孔径为(100 μm);

4

振荡机:振幅 25 mm,1 600 次/min。

4.10.2 测定步骤

准确称取水分散剂试样 100 g(精确至 0.1 g),置于 100 μm 标准筛上,加盖密封,启动振荡机振荡 5 min,收集筛上物,称量(精确至 0.1 g)。

4.10.3 计算

试样的粒度按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_2}{m_1} \times 100 \quad \text{.....(2)}$$

式中:

- w₂——试样的粒度,以%表示;
- m₁——100 μm 筛上物的质量,单位为克(g);
- m₂——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

将一定量的水分散剂加入规定的水中,搅拌均匀,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 悬浮液和沉淀物,用重量法进行测定。

4.11.2 试剂和仪器

- 标准硬水:ρ(Ca²⁺+Mg²⁺)=342 mg/L,pH=6.0~7.0,按 GB/T 14825 配制;
- 烧杯:1 000 mL,内径为(102±2)mm;
- 电动搅拌机:可控制速度(0~1 000)r/min;
- 不锈钢搅拌棒(见图 2):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°;
- 旋转真空蒸发器;
- 秒表。

单位为毫米

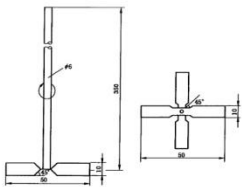


图 2 不锈钢搅拌棒

GB 28139—2011

4.11.3 测定步骤

在 20±1℃ 下,于烧杯中加入 200 mL 标准硬水,将搅拌均匀后称取 0.1 g 试样并加入烧杯底部 15 mm,搅拌均匀,叶片间保持适当角度,保持转速 300 r/min 的速度,搅拌 1 min,将 9 g 水分散剂试样(精确至 0.1 g)加入搅拌均匀的水中,继续搅拌 1 min,关闭搅拌机,让悬浮液静置 1 min,抽出 9/10 的悬浮液(110 mL),置于操作应在 30 s~60 s 内完成,并保持玻璃棒尖端始终在液面下,且尽量不要触碰烧杯底,用旋转真空蒸发器将 90 mL 剩余悬浮液中的水分,在 60℃~70℃ 下干燥至恒量,称量(精确至 0.1 g)。

4.11.4 计算

试样的分散性按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{10(m_3 - m_1)}{9m_2} \times 100 \quad \text{.....(3)}$$

式中:

- w₃——试样的分散性,以%表示;
- m₁——称取试样的质量,单位为克(g);
- m₂——干燥后烧杯余物的质量,单位为克(g)。

4.12 持久起泡性试验

将规定量的试样与标准硬水混合,静置后记录泡沫体积。

4.12.1 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:ρ(Ca²⁺+Mg²⁺)=342 mg/L,pH=6.0~7.0,按 GB/T 14825 配制。

4.12.3 仪器和用具

- 具塞量筒:250 mL(分度值 2 mL,0~250 mL);刻度线 20 cm~21.5 cm,250 mL 刻度线离盖子底部 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),加标准硬水至刻度,距底部 9 cm 的刻度线处,盖上盖子,以数筒底部为中心,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 热稳定性试验

按 GB/T 19136 中“粉体制剂”进行。热稳定性试验质量分数应不低于标定的 97%,悬浮率仍应符合标准要求为合格。

4.14 产品的运输与验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

6

5 标志、标签、包装、贮存、安全和保证期

5.1 标志、标签、包装

70%吡虫啉水分散剂应用铝塑袋或复合铝箔袋包装,每袋净含量一般为 50 g、100 g,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 贮存

70%吡虫啉水分散剂包装件应贮存在通风、干燥的库房中。贮存时,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

本品属低毒制剂。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 保证期

在规定的贮存条件下,70%吡虫啉水分散剂的保证期,从生产日期起为两年。



GB 28139—2011

国家标准 强制性
号:155066·1-44682

附录 A (资料性附录)

吡虫啉的其他名称、结构式和基本物化参数

本产品有效成分吡虫啉的其他名称、结构式和基本物化参数如下:

ISO 通用名称:Imidacloprid

CAS 登记号:138561-41-3

CIPAC 数字代码:382

化学名称:1-(6-氯-3-吡啶基甲基)-N-甲基烟酰胺-2-基胺

结构式:



- 分子式:C₁₁H₁₀ClN₃O₂
- 相对分子质量:255.7
- 生物活性:杀虫
- 熔点:144℃
- 蒸汽压(20℃):4×10⁻⁷ Pa
- 溶解度(20℃,g/L):水中 0.61,甲苯中 0.68,二甲苯中 55,异丙醇中 1.2,正己烷中 <0.1
- 稳定性:pH 值 5~11 时稳定,不易水解。