



中华人民共和国国家标准

GB 28134—2011

绿麦隆原药

Chlorotoluron 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 217/TC/S (1990)《绿麦隆原药》(Chlorotoluron technical material)。

本标准与 FAO specification 217/TC/S(1990)《绿麦隆原药》(Chlorotoluron technical material)的主要技术差异及原因如下:

——增加了“干燥减量”、“丙酮不溶物”、“pH 值”的要求,指标项目更加全面。

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。

本标准起草单位:农业部农药检定所、江苏快达农化股份有限公司。

本标准主要起草人:于荣、姜宜飞、陈铁春、赵永辉、李国平、王小丽、施永平、陈杰、李岩。

绿 麦 隆 原 药

1 范围

本标准规定了绿麦隆原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运和验收期。

本标准适用于由绿麦隆及其生产中产生的杂质组成的绿麦隆原药。

注：绿麦隆及杂质的其他名称、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 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 农药丙酮不溶物测定方法

GB 20813 农药产品标签通则

3 要求

3.1 组成和外观

绿麦隆原药外观为白色至浅黄色粉末，无可见外来杂质。

3.2 项目和指标

绿麦隆原药应符合表 1 要求。

表 1 绿麦隆原药控制项目指标

项 目	指 标
绿麦隆质量分数/%	≥ 95.0
1,1-二甲基-3-(4-甲基苯基)脲质量分数 ^a /%	≤ 0.8
1-甲基-3-(3-氯-4-甲基苯基)脲质量分数 ^a /%	≤ 0.8
干燥减量/%	≤ 1.0
丙酮不溶物的质量分数 ^a /%	≤ 0.5
pH 值	6.0~8.0
^a 正常生产时，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。用随机法确定采样的包装件,最终抽样量不少于 100 g。

4.2 鉴别试验

本鉴别试验可与绿麦隆质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中主色谱峰的保留时间与标样溶液中绿麦隆色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

4.3 绿麦隆质量分数的测定

4.3.1 方法提要

试样用甲醇溶解,以 pH4.0 磷酸水溶液和乙腈为流动相,使用 C_{18} 为填充物的不锈钢柱和紫外检测器,对试样中的绿麦隆进行高效液相色谱分离和测定。

4.3.2 试剂和溶液

磷酸:分析纯;

甲醇:色谱级;

乙腈:色谱级;

水:新蒸二次蒸馏水;

绿麦隆标样:已知质量分数 $w \geq 99.0\%$ 。

4.3.3 仪器

高效液相色谱仪:具可调波长紫外检测器;

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 SHIMADZU VP-ODS 5 μ m 填充物(或具有同等效果的色谱柱);

过滤器:滤膜孔径约 0.45 μ m;

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(磷酸调节 pH=4.0)]=50:50;

流量:1.0 mL/min;

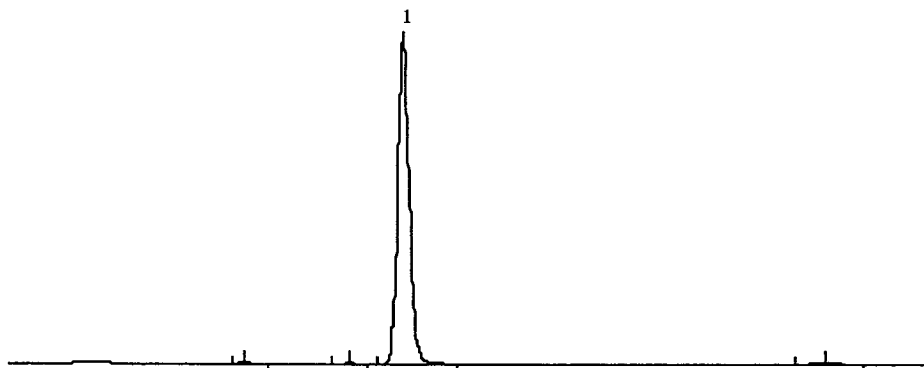
柱温:室温(温度变化应不大于 2 $^{\circ}$ C);

检测波长:243 nm;

进样体积:25 μ L。

保留时间:绿麦隆约 5.6 min。

上述操作参数是典型的,可根据不同仪器特点,对给定操作参数作适当调整,以期获得最佳效果。



1——绿麦隆。

图1 绿麦隆原药高效液相色谱图

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液的配制

称取绿麦隆标样约 0.1 g(精确到 0.000 2 g),置于 50 mL 容量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀。用移液管吸取上述溶液 5.0 mL 置于另一 50 mL 容量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀。

4.3.5.2 试样溶液的配制

称取含绿麦隆约 0.1 g(精确到 0.000 2 g)的试样,置于 50 mL 容量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀。用移液管吸取上述溶液 5.0 mL 于另一 50 mL 容量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,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,直至相邻两针绿麦隆的峰面积相对变化小于 1.0%,按标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进样分析。

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绿麦隆峰面积分别进行平均。试样中绿麦隆质量分数按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot w}{A_1 \cdot m_2} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- w_1 ——试样中绿麦隆质量分数,以%表示;
- A_2 ——试样溶液中绿麦隆峰面积的平均值;
- m_1 ——标样的质量,单位为克(g);
- w ——标样中绿麦隆的质量分数,以%表示;
- A_1 ——标样溶液中绿麦隆峰面积的平均值;
- m_2 ——试样的质量,单位为克(g)。

4.3.7 允许差

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。

4.4 1,1-二甲基-3-(4-甲基苯基)和 1-甲基-3-(3-氯-4-甲基苯基)质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样用甲醇溶解,以 pH4.0 磷酸水溶液和乙腈为流动相,使用 C_{18} 为填充物的不锈钢柱和紫外检测器,对试样中的 1,1-二甲基-3-(4-甲基苯基)和 1-甲基-3-(3-氯-4-甲基苯基)进行高效液相色谱分离和测定。

4.4.2 试剂和溶液

磷酸;

甲醇:色谱级;

乙腈:色谱级;

水:新蒸二次蒸馏水;

1,1-二甲基-3-(4-甲基苯基)脲标样:已知质量分数 $w \geq 99.0\%$;

1-甲基-3-(3-氯-4-甲基苯基)脲标样:已知质量分数 $w \geq 99.0\%$ 。

4.4.3 仪器

高效液相色谱仪:具可调波长紫外检测器;

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 SHIMADZU VP-ODS 5 μ m 填充物(或具有同等效果的色谱柱);

过滤器:滤膜孔径约 0.45 μ m;

超声波清洗器。

4.4.4 高效液相色谱操作条件

流动相: Ψ [乙腈:水(磷酸调节 pH=4.0)]=50:50;

流量:1.0 mL/min;

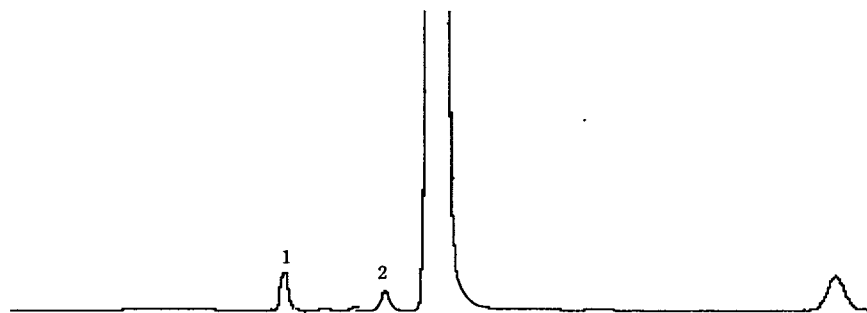
柱温:室温(温度变化应不大于 2 $^{\circ}$ C);

检测波长:243 nm;

进样体积:25 μ L。

保留时间:1,1-二甲基-3-(4-甲基苯基)脲约 3.7 min;1-甲基-3-(3-氯-4-甲基苯基)脲约 5.1 min。

上述操作参数是典型的,可根据不同仪器特点,对给定操作参数作适当调整,以期获得最佳效果。



1——1,1-二甲基-3-(4-甲基苯基)脲;

2——1-甲基-3-(3-氯-4-甲基苯基)脲。

图2 绿麦隆原药中杂质高效液相色谱图

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的配制

分别称取 1,1-二甲基-3-(4-甲基苯基)脲标样和 1-甲基-3-(3-氯-4-甲基苯基)脲标样各约 0.04 g,精确到 0.000 2 g,置于 50 mL 容量瓶中,用甲醇超声溶解,定容。移取该溶液 1.0 mL 于另一 50 mL 容量瓶中,用甲醇定容,摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的配制

称取绿麦隆原药试样约 0.1 g,精确到 0.000 2 g,置于 50 mL 容量瓶中,用甲醇超声溶解,定容。用 0.45 μm 孔径滤膜过滤,滤液为试样溶液。

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,直至相邻两针的峰面积相对变化小于 1.2%,按标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

4.4.6 计算

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中 1,1-二甲基-3-(4-甲基苯基)脲[1-甲基-3-(3-氯-4-甲基苯基)脲]峰面积分别进行平均。1,1-二甲基-3-(4-甲基苯基)脲[1-甲基-3-(3-氯-4-甲基苯基)脲]质量分数按式(2)计算:

$$w_{i2} = \frac{A_{i2} \cdot m_{i1} \cdot w_{i0}}{A_{i1} \cdot m_2} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

w_{i2} ——1,1-二甲基-3-(4-甲基苯基)脲[1-甲基-3-(3-氯-4-甲基苯基)脲]质量分数,以%表示;

A_{i2} ——试样溶液中,1,1-二甲基-3-(4-甲基苯基)脲[1-甲基-3-(3-氯-4-甲基苯基)脲]峰面积的平均值;

m_{i1} ——1,1-二甲基-3-(4-甲基苯基)脲[1-甲基-3-(3-氯-4-甲基苯基)脲]标样质量数值的 $\frac{1}{50}$,单位为克(g);

w_{i0} ——标样中 1,1-二甲基-3-(4-甲基苯基)脲[1-甲基-3-(3-氯-4-甲基苯基)脲]的质量分数,以%表示;

A_{i1} ——标样溶液中,1,1-二甲基-3-(4-甲基苯基)脲[1-甲基-3-(3-氯-4-甲基苯基)脲]峰面积的平均值;

m_2 ——试样质量的数值,单位为克(g)。

4.4.7 允许差

两次平行测定结果之相对差,应不大于 10%,取其算术平均值作为测定结果。

4.5 干燥减量的测定

4.5.1 仪器

烘箱:(105±2)℃;

称量瓶:内径 50 mm,高 20 mm;

干燥器。

4.5.2 测定步骤

将称量瓶放入烘箱中烘 1 h,取出置于干燥器内冷却至室温,称量(精确至 0.000 2 g),重复上述步骤,直至称量瓶恒重为止。在称量瓶中放入 10 g 试样(铺平称量,精确至 0.000 2 g),将称量瓶放入烘箱中,不加盖,烘 1 h,加盖后取出放入干燥器中冷却至室温称量(精确至 0.000 2 g)。

4.5.3 计算

试样中干燥减量按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- w_3 ——干燥减量,以%表示;
- m_1 ——试样和称量瓶烘干前的质量,单位为克(g);
- m_2 ——试样和称量瓶烘干后的质量,单位为克(g);
- m ——试样的质量,单位为克(g)。

4.6 丙酮不溶物的测定

按 GB/T 19138 进行。

4.7 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.8 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

绿麦隆原药的标志、标签应符合 GB 3796、GB 20813 中的有关规定。

5.2 包装

绿麦隆原药宜用复合袋包装,包装材料宜用纸/塑料、塑料/塑料。每袋净含量不宜超过 50 kg。可根据用户要求或订货协议,采用其他形式的包装,但应符合 GB 3796 的规定。

5.3 贮运

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,不应与食物、种子、饲料混放,避免与皮肤、眼睛接触,防止由口鼻吸入。

5.4 安全

绿麦隆是一种低毒类除草剂。如该药误入眼睛或接触皮肤,应用大量清水冲洗;若误食中毒,应立即灌喂大量的清水催吐并送医院对症治疗。

5.5 验收期

绿麦隆原药的验收期为三个月。从交货之日起,在三个月内完成产品的质量验收,其各项指标应符合标准要求。

附录 A

(资料性附录)

绿麦隆及杂质的其他名称、结构式和基本物化参数

本产品有效成分绿麦隆的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

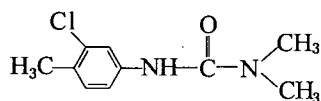
ISO 通用名称：Chlorotoluron

CIPAC 数字代码：217

CAS 登录号：15545-48-9

化学名称：1,1-二甲基-3-(3-氯-4-甲基苯基)脲

结构式：



实验式： $C_{10}H_{13}ClN_2O$

相对分子质量：212.7

生物活性：除草

熔点：148.1 °C

蒸气压：0.005 mPa(25 °C)

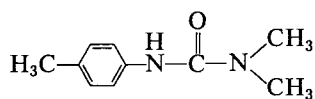
溶解度(25 °C, g/L)：水 0.074、丙酮 54、二氯甲烷 51、乙醇 48、甲苯 3、正己烷 0.06、正辛醇 21、乙酸乙酯 21

稳定性：对光和紫外线稳定，遇强酸或强碱慢慢分解。

本标准中杂质的名称和结构式基本物化参数如下：

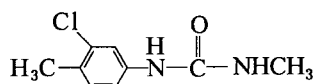
化学名称：1,1-二甲基-3-(4-甲基苯基)脲

结构式：



化学名称：1-甲基-3-(3-氯-4-甲基苯基)脲

结构式：



中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
绿 麦 隆 原 药
GB 28134—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)64275323 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 15 千字
2012年3月第一版 2012年3月第一次印刷

*

书号: 155066·1-44791 定价 16.00 元

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



GB 28134-2011