前言

本标准的第3章、第5章为强制性的,其余为推荐性的。

本标准是按照 GB/T 1.1-1993《标准化工作导则 第1单元:标准的起草与表述规则 第1部分:标准编写的基本规定》的要求,在国内企业标准和有关资料的基础上制定的。

本标准由中华人民共和国国家石油和化学工业局提出。

本标准由沈阳化工研究院技术归口。

本标准由全国农药标准化技术委员会秘书处负责解释。

本标准负责起草单位:沈阳化工研究院、湖南南天实业股份有限公司。

本标准参加起草单位:北京晨阳植保制剂厂。

本标准主要起草人:王玉范、刘 勇、邢 红、刘耀球、王银忠、肖冬良、姜治国。

中华人民共和国国家标准

10%百菌清烟片剂

GB 18172. 2—2000

10 %Chlorothalonil smoke tablets

该产品有效成分百菌清的其他名称、结构式和基本物化参数如下:

ISO 通用名称:Chlorothalonil

CIPAC 数字代号:288

化学名称:2,4,5,6-四氯-1,3-二氰基苯

结构式:

实验式:C₈N₂Cl₄

相对分子质量:265.91(按 1997 年国际相对原子质量计)

生物活性:杀菌

熔点:250 C~251℃

沸点:350℃

蒸气压(40 C):1.3 Pa

溶解度(g/L,25℃):水中 6×10⁻⁴,二甲苯中 80,丙酮 2,环己酮、二甲基甲酰胺中 30,煤油中≤10 稳定性:在常温贮存条件下稳定,对弱碱或弱酸性介质及对光照稳定,在强碱介质中分解

1 范围

本标准规定了10%百菌清烟片剂的要求、试验方法以及标志、标签、包装和贮运。

本标准适用于由符合国标 GB 9551 的百菌清原药与适宜的助燃剂、燃剂、填料加工制成的 10%百菌清烟片剂。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 1601-1993 农药 pH 值的测定方法

GB/T 1604-1995 商品农药验收规则

GB/T 1605-1979(1989) 商品农药采样方法

GB 3796--1999 农药包装通则

GB 9551-1999 百萬清原药

GB/T 16150-1995 农药粉剂、可湿性粉剂细度测定方法

GB 18172.1--2000 百菌清烟粉粒剂

3 要求

- 3.1 外观:圆形片状固体。
- 3.2 10%百菌清烟片剂应符合表1要求。

表 1 百菌清烟片剂控制项目指标

项	目		指标
百菌清含量.%		≥	10.0
片质量,g			25.0±1.0 或 50.0±2.0
六氯苯含量,%		€	0.004
加热减量,%		€	5.0
pH 值范围			5.0~8.5
点燃试验			合格
燃烧发烟时间,min			1.0~8.0
自燃温度, C		>	130
成烟率,%		≥	80
跌落破碎率,%		€	20
粉末和碎片,%		€	2.0
加速贮存试验			合格

- 1 六氯苯、自燃温度、成烟率同一批原材料产品只做一次。
- 2强度、加速贮存试验在正常生产情况下,每三个月至少进行一次

4 试验方法

4.1 抽样

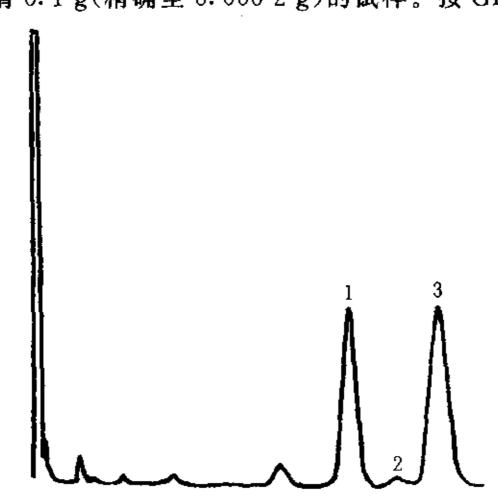
参照 GB/T 1605-1979(1989)中有关规定,限抽取一个批次样品,抽样量应不少于 100 g。

4.2 鉴别试验

按GB 18172.1-2000中4.2进行。

4.3 百菌清含量的测定

4.3.1 称取研细混匀含百菌清 0.1 g(精确至 0.000 2 g)的试样。按 GB 18172.1—2000 中 4.3 进行。



1-邻二苯基苯;2-四氯对苯二甲腈;3-百菌清图 1 百菌清烟片剂气相色谱图

4.3.2 允许差

两次平行测定结果之差,应不大于 0.3%,取算术平均值作为测定结果。

4.4 六氯苯含量的测定

按 GB 18172.1-2000 中 4.4 进行。

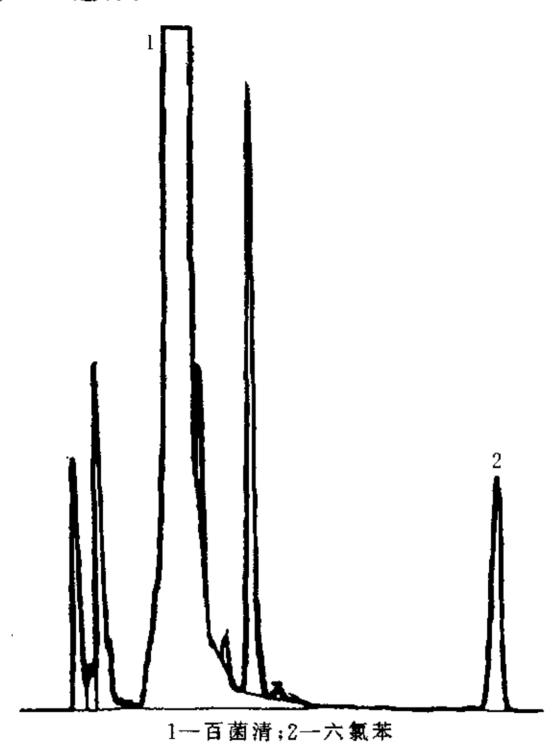


图 2 百酉清烟片剂中六氯苯高效液相色谱图

4.5 加热减量的测定

称取研细混匀的试样 5.0 g(精确至 0.001 g)。按 GB 18172.1-2000 中 4.5 进行。

4.6 pH 值范围的测定

取 4.3 中研细混匀的试样,按 GB/T 1601 进行。

4.7 点燃试验和燃烧发烟时间的测定

称取试样 50 g(完整的一片或二片),将其置于避风处点燃,燃烧过程中无火焰、不熄灭,均匀燃烧,燃烧后不留余烬为点燃试验合格。用秒表测出试样从被点燃发烟时起至不发烟为止的时间为燃烧发烟时间。

4.8 自燃温度的测定

4.8.1 方法提要

试样置于烧杯中悬置的石棉网(试验台)上,由烧杯盖插孔处插入温度计至石棉网上,烧杯下部为电炉,在电炉不断加温下测定试样自燃温度。

4.8.2 仪器和设备

与 GB 18172.1—2000 中 4.9.2 相同。

4.8.3 测定

称取一块试样约 1.0 g,置于石棉网试验台中心部位,然后将触点温度计和水银温度计从烧杯盖二 孔插入烧杯,接触试验台,二温度计水银球距试验台边沿约 0.5 cm。一次性调节触点温度计旋钮至 $100 C \pm 5 C$,待温度稳定后,以每分钟上升 $5 C \sim 10 C$ 的速度调节触点温度计旋钮,接近发烟时以每分钟 $1 C \sim 2 C$ 的上升温度调节触点温度计旋钮,同时观察水银温度计和样品,样品发烟的瞬间,水银温度计所指示温度即为自燃温度。

4.8.4 允许偏差

两次平行测定结果之差不大于10℃。取其算术平均值作为测定结果。

4.9 成烟率的测定

称取约含百菌清 0.3 g(精确至 0.000 2 g)的一块试样。按 GB 18172.1—2000 中 4.10 进行。

4.10 跌落破碎率的测定

4.10.1 操作方法

称取一片试样(精确至 0.1 g),置于离光滑的水泥地面 0.5 m 高处,平面朝地自由下落至地面,取试样主体(最大的一块)称量。连续试验十次取其平均值为测定结果。

4.10.2 计算

片剂跌落破碎率 $X_1(\%)$ 按式(1)计算:

$$X_{i}(\frac{9}{0}) = \frac{m_{1} - m_{2}}{m_{1}} \times 100$$

$$X_{1}(\frac{9}{0}) = \frac{\sum_{i=1}^{10} X_{i}}{10}$$
....(1)

式中: m_1 ——试样的质量,g;

 m_2 ——试验后试样主体质量,g;

 X_i ——试样一次测得的片剂跌落破碎率,%;

 X_1 ——试样测得的平均片剂跌落破碎率,%。

4.11 片质量、粉末和碎片的测定

4.11.1 仪器

工业天平:感量 0.1 g。

4.11.2 片质量的测定

将包装完整的 20 片~30 片试样集中起来,分别置于工业天平上称量。记录每片质量。其称量结果的平均值为测定结果。

4.11.3 粉末和碎片的测定与计算

将包装完整的 20 片~30 片试样中全部粉末和碎片收集起来,置于工业天平上称量。记录其质量。粉末和粉片质量分数 $X_2(\%)$ 按式(2)计算:

式中: m_1 一粉末和碎片的质量,g;

 m_2 — 所取试样的质量,g。

4.12 加速贮存试验

4.12.1 方法提要

通过加压热贮试验,使产品加速老化,预测常温贮存产品性能的变化。

4.12.2 试验步骤

将一块约50 g(或25 g)片剂试样放入塑料袋中密封,置于烘箱中,在54℃±2℃下,贮存14 d。取出试样,放入干燥器中,使试样冷至室温。在24 h内,按4.3、4.9 完成对有效成分含量和成烟率的测定。有效成分含量和成烟率符合本标准要求为合格。

4.13 产品的检验与验收

应符合 GB/T 1604 的规定。极限数值的处理和结果判定采用 GB/T 1250 中修约值比较法。

5 标志、标签、包装、贮运

5.1 百菌清烟片剂的标志、标签、包装,应符合 GB 3796—1999 中的有关规定。

- 5.2 本产品采用纸盒或塑料盒内衬塑料袋包装,每盒净重 100 g~200 g,外包装采用钙塑箱或瓦楞纸箱,每箱净质量不超过 10 kg。
- 5.3 根据用户要求或订货协议,可以采用其他形式的包装,但需符合 GB 3796 的规定。
- 5.4 包装件应贮存在通风、干燥的库房中。
- 5.5 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。
- 5.6 安全:本品为低毒制剂,使用本品应带防护手套、口罩(或防毒口罩)、穿干净防护服。施药后,应远离燃放地点。如发生中毒现象,应请医生采取抢救措施或进行治疗。
- 5.7 保证期:在规定的贮运条件下,百菌清烟片剂的保证期,从生产日期算起为2年。