

# 团 体 标 准

T/CCPIA 029—2020

---

## 30 g/L 甲基二磺隆可分散油悬浮剂

30 g/L Mesosulfuron-Methyl Oil-based suspension concentrate

2020-02-25 发布

2020-02-25 实施

---

中国农药工业协会 发布

## 前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

**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。**

本标准由中国农药工业协会提出。

本标准由中国农药工业协会归口。

本标准起草单位：合肥星宇化学有限责任公司、拜耳作物科学（中国）有限公司、江苏东宝农化股份有限公司、中国农业科学院植物保护研究所。

本标准主要起草人：赵鹏跃、李凤敏、马杜康、江燕、雷世超、王传品、鲁忠华、南艳、刘敏、曹冲、曹立冬



# CCPIA

# 30 g/L 甲基二磺隆可分散油悬浮剂

## 1 范围

本标准规定了 30 g/L 甲基二磺隆可分散油悬浮剂的要求、试验方法、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运。

本标准适用于由甲基二磺隆原药、安全剂吡唑解草酯与适宜的助剂和其他必要的填料加工制成的 30 g/L 甲基二磺隆可分散油悬浮剂。

注：甲基二磺隆、吡唑解草酯的其他名称、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，仅所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—2001 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 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法
- 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—1995 农药粉剂、可湿性粉剂细度测定方法
- GB/T 19136—2003 农药热贮稳定性测定方法
- GB/T 19137—2003 农药低温稳定性测定方法
- GB/T 28137 农药持久起泡性测定方法
- GB/T 31737 农药倾倒性测定方法
- GB/T 32776—2016 农药密度测定方法

## 3 要求

### 3.1 外观

应为可流动的、易测量体积的非水介质悬浮液体，存放过程中可能出现沉淀或上层清液，但经摇动后，应恢复原状，不应有结块。

### 3.2 技术指标

30 g/L 甲基二磺隆可分散油悬浮剂还应符合表 1 要求。

表1 30g/L 甲基二磺隆可分散油悬浮剂控制项目指标

| 项 目   |          | 指 标                                 |
|---|----------|-------------------------------------|
| 甲基二磺隆质量分数 <sup>a</sup> /%   |          | 3.0 <sup>+0.3</sup> <sub>-0.4</sub> |
| 或质量浓度(20℃)/g/L  |          | 30 <sup>+3</sup> <sub>-3</sub>      |
| 吡唑解草酯质量分数/%   |          | 9.0 <sup>+0.9</sup> <sub>-0.9</sub> |
| 水分/%  |          | ≤ 0.5                               |
| pH范围  |          | 5.0~8.0                             |
| 倾倒性   | 倾倒后残余物/% | ≤ 5.0                               |
|   | 洗涤后残余物/% | ≤ 0.5                               |
| 湿筛试验(通过75μm试验筛)/%   |          | ≥ 98                                |
| 持久起泡性(1min后泡沫量)/mL  |          | ≤ 40                                |
| 分散稳定性   |          | 合格                                  |
| 低温稳定性 <sup>b</sup>  |          | 合格                                  |
| 热储稳定性 <sup>b</sup>  |          | 合格                                  |
| <sup>a</sup> 当质量发生争议时,以质量分数测定结果为仲裁依据;<br><sup>b</sup> 正常生产时,低温稳定性、热储稳定性,每3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。检测结果的判定按 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 进行。

##### 4.2 抽样

按 GB/T 1605—2001 中 5.3.2 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 1000 mL。

##### 4.3 鉴别试验

液相色谱法—本鉴别试验可与甲基二磺隆、吡唑解草酯质量分数的测定同时进行。相同的色谱操作条件下,试样溶液中某色谱峰的保留时间与标样溶液中甲基二磺隆色谱峰、吡唑解草酯的保留时间,其相对差值在 1.5%以内。

##### 4.4 甲基二磺隆的质量分数测定

###### 4.4.1 方法提要

试样用乙腈溶解,以乙腈+水(0.1%磷酸)为流动相,使用以 C<sub>18</sub> 为填料的不锈钢柱和紫外检测器,在波长 236 nm 下对试样中的甲基二磺隆进行高效液相色谱分离,外标法定量。

#### 4.4.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水：超纯水或新蒸二次蒸馏水。

磷酸。

甲基二磺隆标样：已知质量分数， $\geq 98.0\%$ 。

#### 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 $\times$ 4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装  $C_{18}$  (5  $\mu$ ) 填充物（或具有同等效果的色谱柱）。

过滤器：滤膜孔径约 0.45  $\mu$ 。

微量进样器：50  $\mu$ L。

定量进样管：5  $\mu$ L。

超声波清洗器。

#### 4.4.4 高效液相色谱操作条件

流动相 A：乙腈。

流动相 B：水+磷酸=1000 mL+1 mL 混匀，超声脱气，过滤。

梯度洗脱条件见表 2。

表2 梯度洗脱条件

| 时间/min | 流动相 A | 流动相 B | 流速/mL/min |
|--------|-------|-------|-----------|
| 0.0    | 40    | 60    | 1.0       |
| 8.0    | 40    | 60    | 1.0       |
| 8.1    | 100   | 0     | 1.0       |
| 14.0   | 100   | 0     | 1.0       |
| 14.1   | 40    | 60    | 1.0       |
| 18.0   | 40    | 60    | 1.0       |

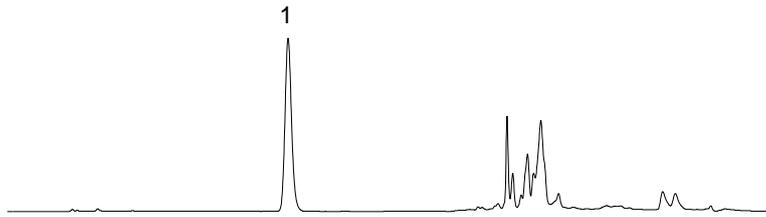
柱温：室温（温差变化应不大于 2  $^{\circ}$ C）。

检测波长：236 nm。

进样体积：5  $\mu$ L。

保留时间：甲基二磺隆约 6.4 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条件做适当调整，以期获得最佳效果。典型的 30 g/L 甲基二磺隆可分散油悬浮剂高效液相色谱图见 1。



说明:

1——甲基二磺隆。

图 1 30 g/L 甲基二磺隆可分散油悬浮剂中甲基二磺隆高效液相色谱图

#### 4.4.5 测定步骤

##### 4.4.5.1 标样溶液的制备

称取 0.06 g (精确至 0.000 1 g) 甲基二磺隆标样于 50 mL 容量瓶中, 加乙腈 30 mL, 超声振荡 5 min, 取出恢复至室温, 用乙腈定容至刻度, 摇匀。用移液管准确移取上述溶液 2.0 mL 于 10 mL 容量瓶中, 用乙腈稀释至刻度, 摇匀。

##### 4.4.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.06 g (精确至 0.000 1 g) 甲基二磺隆的试样于 50 mL 容量瓶中, 加乙腈 30 mL, 超声振荡 5 min, 取出恢复至室温, 用乙腈定容至刻度, 摇匀。用移液管准确移取上述溶液 2.0 mL 于 10 mL 容量瓶中, 用乙腈稀释至刻度, 摇匀, 过滤。

##### 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。

##### 4.4.5.4 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的甲基二磺隆峰面积分别进行平均, 试样中甲基二磺隆的质量分数和质量浓度分别按式 (1) 和式 (2) 计算:

$$\omega_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times \omega}{A_1 \times m_2} \dots\dots\dots (1)$$

$$\rho = \frac{A_2 \times m_1 \times \omega}{A_1 \times m_2} \times d \times 10 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$\omega_1$ ——试样中甲基二磺隆的质量分数, 以%表示;

$A_2$ ——试样溶液中甲基二磺隆峰面积的平均值;

$m_1$ ——标样的质量, 单位为克 (g);

$\omega$ ——标样溶液中甲基二磺隆的质量分数, 以%表示;

$A_1$ —标样溶液中甲基二磺隆峰面积的平均值；  
 $m_2$ —试样的质量，单位为克（g）；  
 $\rho$ —试样中甲基二磺隆的质量浓度，单位为克每升（g/L）；  
 10—甲基二磺隆质量浓度换算系数；  
 $d$ —20℃时试样的密度，单位为克每毫升（g/mL）；  
 注：20℃时试样的密度按 GB/T 32776—2016 中 3.3 测定。

#### 4.4.6 允许差

甲基二磺隆质量分数两次平行测定结果之差应不大于 0.1%，取其算术平均值作为测定结果。

### 4.5 吡唑解草酯的质量分数测定

#### 4.5.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水（0.1%磷酸）为流动相，使用以  $C_{18}$  为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长 310 nm 下对试样中吡唑解草酯进行高效液相色谱分离，外标法定量。

#### 4.5.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

水：超纯水或新蒸二次蒸馏水。

磷酸。

吡唑解草酯标样：已知质量分数， $\geq 98.0\%$ 。

#### 4.5.3 仪器

高效液相色谱仪：具有紫外可变波长检测器。

色谱柱：250 mm×4.6 mm (i. d.) 不锈钢柱，内装  $C_{18}$ , 5  $\mu\text{m}$  填充物(或具同等效果的色谱柱)。

过滤器：滤膜孔径约 0.45  $\mu\text{m}$ 。

微量进样器：50  $\mu\text{L}$ 。

定量进样管：5  $\mu\text{L}$ 。

超声波清洗器。

#### 4.5.4 高效液相色谱操作条件

流动相 A：乙腈。

流动相 B：水+磷酸=1000 mL+1 mL 混匀，超声脱气，过滤。

梯度洗脱条件见表 3。

表3 梯度洗脱条件

| 时间/min | 流动相 A | 流动相 B | 流速/mL/min |
|--------|-------|-------|-----------|
| 0.0    | 65    | 35    | 1.0       |
| 14.0   | 65    | 35    | 1.0       |
| 14.1   | 100   | 0     | 1.0       |
| 20.0   | 100   | 0     | 1.0       |
| 20.1   | 65    | 35    | 1.0       |
| 25.0   | 65    | 35    | 1.0       |

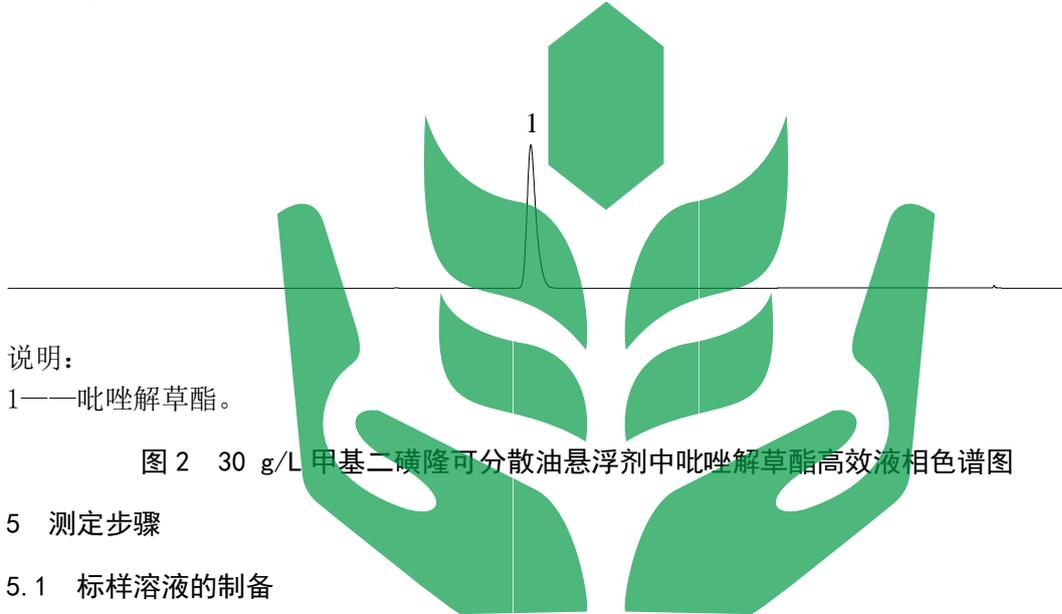
柱温：室温（温差变化应不大于 2 ℃）。

检测波长：310 nm。

进样体积：5 μL。

保留时间：吡唑解草酯约 12.2 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条件做适当调整，以期获得最佳效果。典型的 30 g/L 甲基二磺隆可分散油悬浮剂中吡唑解草酯高效液相色谱图见图 2。



说明：

1——吡唑解草酯。

图 2 30 g/L 甲基二磺隆可分散油悬浮剂中吡唑解草酯高效液相色谱图

#### 4.5.5 测定步骤

##### 4.5.5.1 标样溶液的制备

称取 0.1 g（精确至 0.000 1 g）吡唑解草酯标样于 50 mL 容量瓶中，加乙腈 30 mL，超声振荡 5 min，取出恢复至室温，定容至刻度，摇匀。准确移取上述溶液 1.0 mL 于 10 mL 容量瓶中，用乙腈稀释至刻度，摇匀。

##### 4.5.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.1 g（精确至 0.000 1 g）吡唑解草酯的试样于 50 mL 容量瓶中，加乙腈 30 mL，超声振荡 5 min，取出恢复至室温，稀释至刻度，摇匀。准确移取上述溶液 1.0 mL 于 10 mL 容量瓶中，用乙腈稀释至刻度，摇匀，过滤。

##### 4.5.5.3 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。

##### 4.5.5.4 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的吡唑解草酯峰面积分别进行平均，试样中吡唑解草酯的质量分数按式（3）计算：

$$\omega_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times \omega}{A_1 \times m_2} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

$\omega_2$ —试样中吡唑解草酯的质量分数，以 % 表示；

$A_2$ —试样溶液中吡唑解草酯峰面积的平均值；

$m_1$ —标样的质量，单位为克（g）；

$\omega$ —标样溶液中吡唑解草酯的质量分数，以%表示；

$A_1$ —标样溶液中吡唑解草酯峰面积的平均值；

$m_2$ —试样的质量，单位为克（g）。

#### 4.5.6 允许差

吡唑解草酯质量分数两次平行测定结果之差应不大于 0.3%，取其算术平均值作为测定结果。

#### 4.6 水分的测定

按 GB/T 1600—2001 中 2.1 进行。

#### 4.7 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

#### 4.8 倾倒性的测定

按 GB/T 31737 进行。

#### 4.9 湿筛试验

按 GB/T 16150—1995 中 2.2 进行。

#### 4.10 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 进行。

#### 4.11 分散稳定性

##### 4.11.1 方法提要

按规定浓度制备分散液，分别置于两刻度乳化管中，直立静置一段时间，再颠倒乳化管数次，观察最初、放置一定时间和重新分散后该分散液的分散性。

##### 4.11.2 仪器与试剂

乳化管：锥形底硼硅玻璃离心管，长 15 cm，刻度至 100 mL，分度值 0.05 mL。

橡胶塞：与乳化管配套，带有 80 mm 长玻璃排气管（外径 4.5 mm，内径 2.5 mm，见图 3）

刻度量筒：250 mL。

可调节灯：配 60 W 珍珠泡。

标准硬水： $\rho(\text{Ca}^{2+}\text{Mg}^{2+})=342 \text{ mg/L}$ ，pH 值为 6.0~7.0，按 GB/T 14825—2006 中 4.1 配制。



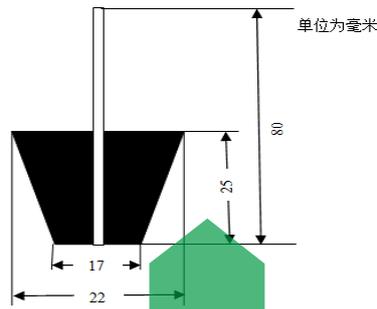


图3 带有玻璃排气管的橡胶塞

#### 4.11.3 操作步骤

在室温下（ $23^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ ），分别向两个 250 mL 刻度量筒中加标准硬水至 240 mL 刻度线，用移液管向每个量筒中滴加试样 5g，滴加时移液管尖端尽量贴近水面，但不要在水面之下。最后加标准硬水至刻度。佩戴布手套，以量筒中部为轴心，上下颠倒 30 次，确保量筒中液体温和地流动，不发生反冲，每次颠倒需 2 s（用秒表观察所用时间），用其中一个量筒做沉淀和乳膏试验，另一个量筒做再分散试验。

##### 4.11.3.1 最初分散性

观察分散液，记录沉淀、乳膏或浮油体积。

##### 4.11.3.2 放置一定时间后分散性

###### 4.11.3.2.1 沉淀体积的测定

分散液制备好后，立即将 100 mL 分散液转移至乳化管中，盖上塞子，在室温下（ $23^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ ）直立 30 min，用灯照亮乳化管，调整光线角度和位置，达到对两相界面的最佳观察，如果有沉淀（通常反射光比透射光更易观察到沉淀），记录沉淀体积（精确至  $\pm 0.05$  mL）。

###### 4.11.3.2.2 顶部乳膏（或浮油）体积的测定

分散液制备好后，立即将其倒入乳化管中，至离管顶端 1 mm，戴好保护手套，塞上带有排气管的橡胶塞，排除乳化管中所有空气，去掉溢出的分散液，将乳化管倒置，在室温下保持 30 min，没有液体从乳化管排出就不必密封玻璃管的开口端，记录已形成的乳膏或浮油的体积。测定乳化管总体积，并以式（3）校正测量出的乳膏或浮油的体积。

测定乳膏或浮油的体积，按（5）计算：

$$F = \frac{100}{V_0} \dots\dots\dots (4)$$

$$V'_2 = V_2 \times F \dots\dots\dots (5)$$

式中：

$F$  —乳化管总体积的校正因子。

$V_0$  —乳化管总体积，mL。

$V_2'$  —测定沉淀体积和顶部乳膏或浮油的体积，mL。

$V_2$  —测量时记录的沉淀体积和顶部乳膏或浮油的体积，mL。

#### 4.11.3.3 重新分散性测定

分散液制备好后，将第二只量筒在室温下静置 24 h，按前述方法颠倒量筒 30 次，立即观察分散液，记录沉淀、乳膏或浮油的体积，然后将分散液加到另外的乳化管中，静置 30 min 后，按前述方法测定沉淀体积和乳膏或浮油的体积。

#### 4.11.3.4 测定结果

测定结果符合表 4 要求为合格。

表4 分散稳定性测定指标

| 项 目              | 指 标    |         |
|------------------|--------|---------|
| 最初分散性            | 初始分散完全 |         |
| 一定时间分散性 (30 min) | 沉淀     | ≤1.0 mL |
|                  | 乳膏或浮油  | ≤2.0 mL |
| 重新分散性 (24 h)     | 重新分散完全 |         |
| 重新分散性 (24.5 h)   | 沉淀     | ≤1.0 mL |
|                  | 乳膏或浮油  | ≤2.0 mL |

#### 4.12 低温稳定性试验

按 GB/T 19137—2003 中 2.2 进行。低温储存后，湿筛试验和分散稳定性仍符合表 1 要求为合格。

#### 4.13 热储稳定性试验

按 GB/T 19136—2003 中 2.1 进行，热储后，甲基二磺隆分解率均不大于 5%，吡唑解草酯质量分数、pH值、分散稳定性、倾倒性、湿筛试验仍符合表 1 要求为合格。

### 5 验收和质量保证期

#### 5.1 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

#### 5.2 质量保证期

在规定的储运条件下，30 g/L 甲基二磺隆可分散油悬浮剂的质量保证期，从生产日期算起为 2 年。质量保证期内，各项指标均应符合标准要求。

### 6 标志、标签、包装、储运

## 6.1 标志、标签和包装

30 g/L甲基二磺隆可分散油悬浮剂的标志、标签和包装，应符合 GB 3796 的规定。

30 g/L甲基二磺隆可分散油悬浮剂应采用聚酯瓶包装，每瓶净含量 100 g或 200 g，外用瓦楞纸箱包装，每箱净含量不超过 10 kg。也可根据用户要求或订货协议，采用其他形式的包装，但要符合 GB 3796 的有关规定。

## 6.2 储运

30g/L甲基二磺隆可分散油悬浮剂包装件应储存在通风、干燥的库房中。储运时，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。



## 附录 A (资料性附录)

### 甲基二磺隆、吡唑解草酯的其它名称、结构式和基本物化参数

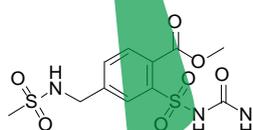
A.1 本产品有效成分甲基二磺隆的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

ISO通用名称: Mesosulfuron-methyl

CAS登录号: 208465-21-8

化学名称: 2-[3-(4,6-二甲氧基嘧啶-2-基)-脲磺酰]-4-甲磺酰胺甲基苯甲酸甲酯

结构式:



实验式: C<sub>17</sub>H<sub>21</sub>N<sub>5</sub>O<sub>9</sub>S<sub>3</sub>

相对分子质量: 503.5

生物活性: 除草

熔点: 195.4 °C

蒸气压 (25 °C): 1.1×10<sup>-11</sup> Pa

溶解度 (20 °C~25 °C, g/L): 水 7.24×10<sup>-3</sup> (pH 5), 0.483 (pH 7), 15.39 (pH 9), 丙酮13.7, 乙腈8.37, 二氯甲烷3.8, 乙酸乙酯2, 正己烷<0.0002, 异丙醇0.096, 甲苯0.013

稳定性: 对光稳定, 无菌水DT<sub>50</sub> (d, 25 °C) 3.5 (pH 4), 253 (pH 7), 319 (pH 9)

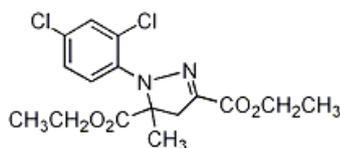
A.2 本产品安全剂吡唑解草酯的其它名称、结构式和基本物化参数如下。

ISO通用名称: Mefenpyr-diethyl

CAS登记号: 135590-91-9

化学名称: (RS)-1-(2,4-二氯苯基)-5-甲基-2-吡唑啉-3,5-二羧酸二乙酯

结构式:



实验式: C<sub>16</sub>H<sub>18</sub>Cl<sub>2</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>

相对分子质量: 373.2

生物活性: 除草剂安全剂

熔点: 50 °C~52 °C

蒸气压: 6.3×10<sup>-3</sup> mPa (20 °C); 1.4×10<sup>-2</sup> mPa (25 °C);

溶解度: 水中溶解度 (mg/L, 20~25 °C) 20.0 (pH 6.2); 有机溶剂中溶解度 (g/L, 20°C~25 °C): 丙酮>500, 甲苯>400, 乙酸乙酯>400, 甲醇>400

稳定性: 遇酸、碱水解