

团体标准

T/CCPIA XXX—2020

烟嘧·莠去津可分散油悬浮剂

Nicosulfuron and atrazine oil-based suspension concentrate

(征求意见稿)

2020-XX-XX 发布

2020-XX-XX 实施

中国农药工业协会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《文件化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》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。

本文件由中国农药工业协会提出。

本文件由中国农药工业协会归口。

本文件起草单位：XXX

本文件主要起草人：XXX

烟嘧·莠去津可分散油悬浮剂

1 范围

本文件规定了烟嘧·莠去津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。

本文件适用于由烟嘧磺隆原药、莠去津原药与适宜的助剂和其他必要的填料加工制成的烟嘧·莠去津可分散油悬浮剂。

注：烟嘧磺隆、莠去津的其他名称、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 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 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 要求

4.1 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。

4.2 技术指标

烟嘧·莠去津可分散油悬浮剂还应符合表1的要求。

表1 烟嘧·莠去津可分散油悬浮剂控制项目指标

项 目		指 标	
		21%	24%
烟嘧磺隆质量分数 ^a /%		3. 0 ^{+0.3} _{-0.3}	4. 0 ^{+0.4} _{-0.4}
莠去津质量分数/%		18. 0 ^{+1.0} _{-1.0}	20.0 ^{+1.2} _{-1.2}
水分/% ≤		0.5	
pH范围		3.0～6.0	
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75 μm试验筛）/% ≥		98	
持久起泡性（1 min后泡沫量）/mL ≤		60	
分散稳定性		合格	
低温稳定性 ^a		合格	
热储稳定性 ^a		合格	
^a 正常生产时，低温稳定性试验、热储稳定性试验，每3个月至少测定一次。			

5 试验方法

安全提示：使用本文件的人员应有实验室工作的实践经验。本文件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。

5.1 一般规定

本文件所用试剂和水，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4.3.3进行。

5.2 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。

5.3 鉴别试验

烟嘧磺隆高效液相色谱法——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色谱峰的保留时间的相对差值应在1.5%以内。

莠去津高效液相色谱法——本鉴别试验可与莠去津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莠去津色谱峰的保留时间的相对差值应在1.5%以内。

5.4 烟嘧磺隆和莠去津质量分数的测定

5.4.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+冰乙酸溶液（pH=3）为流动相，使用以ZORBAX SB-C₁₈为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长254 nm下对试样中的烟嘧磺隆（莠去津）进行高效反相液相色谱分离，以外标法定量。

5.4.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

冰乙酸：分析纯

水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

烟嘧磺隆标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

莠去津标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.4.3 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ZORBAX SB-C₁₈、5 μm 填充物（或具有同等效果的色谱柱）。

过滤器：滤膜孔径约0.45 μm 。

微量进样器：50 μL 。

定量进样管：10 μL 。

超声波清洗器。

5.4.4 高效液相色谱操作条件

流动相： ν [乙腈：冰乙酸溶液（pH=3）]=40：60，经滤膜过滤，并进行脱气。

流速：1.0 mL/min。

柱温：30℃±2℃。

检测波长：254 nm。

进样体积：5 μL 。

保留时间：烟嘧磺隆约5.0 min、莠去津约12.0 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、莠去津高效液相色谱图见图1。



说明：

1——烟嘧磺隆。

2——莠去津。

图1 24%莠去津·烟嘧磺隆中烟嘧磺隆和莠去津的高效液相色谱图

5.4.5 测定步骤

5.4.5.1 标样溶液的制备

称取0.1 g（精确至0.000 1 g）莠去津、0.02 g（精确至0.000 01 g）烟嘧磺隆标样于100 mL容量瓶中，用乙腈溶解，超声波振荡5 min使标样溶解，冷却至室温，用乙腈稀释至刻度，摇匀。

5.4.5.2 试样溶液的制备

称取0.5 g（精确至0.000 1 g）的试样于100 mL容量瓶中，用乙腈溶解，超声波振荡5 min，冷却至室温，用乙腈稀释至刻度，过滤。

5.4.5.3 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（莠去津）峰面积相对变化小于1.5%时，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。

5.4.5.4 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烟嘧磺隆（莠去津）峰面积分别进行平均。试样中烟嘧磺隆（莠去津）的质量分数按式（1）计算：

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

式中：

- w_1 ——试样中烟嘧磺隆（莠去津）的质量分数，以%表示；
- A_2 ——试样溶液中烟嘧磺隆（莠去津）峰面积的平均值；
- m_1 ——标样的质量的数值，单位为克（g）；
- w ——标样中烟嘧磺隆（莠去津）的质量分数，以%表示；
- A_1 ——标样溶液中烟嘧磺隆（莠去津）峰面积的平均值；
- m_2 ——试样的质量的数值，单位为克（g）。

5.4.6 允许差

烟嘧磺隆和莠去津质量分数两次平行测定结果之差应不大于0.2%和0.4%，取其算术平均值作为测定结果。

5.5 水分的测定

按 GB/T 1600—2001 中2.1进行。

5.6 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

5.7 倾倒性的测定

按 GB/T 31737 进行。

5.8 湿筛试验

按 GB/T 16150—1995 中2.2进行。

5.9 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 进行。

5.10 分散稳定性

5.10.1 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。

5.10.2 仪器和试剂

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 2）

刻度量筒：250 mL。

可调节灯：配 60 W 珍珠泡。

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

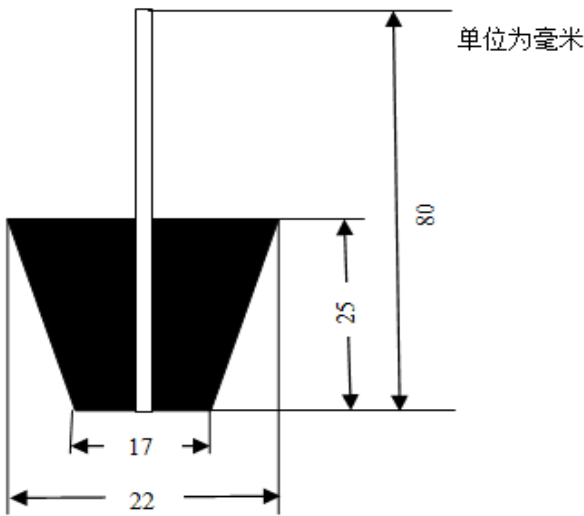


图2 带有玻璃排气管的橡胶塞

5.10.3 操作步骤

在室温下（23℃±2℃），分别向两个250 mL刻度量筒中加文件硬水至240 mL刻度线，用移液管向每个量筒中滴加试样5 g，滴加时移液管尖端尽量贴近水面，但不要在水面之下。最后加文件硬水至刻度。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。

5.10.3.1 最初分散性

观察分散液，记录沉淀、乳膏或浮油体积。

5.10.3.2 放置一定时间后分散性

a) 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℃±2℃）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±0.05 mL）。

b) 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（2）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（3）计算：

$$F = \frac{100}{V_0} \dots\dots\dots (2)$$

$$V_2' = V_2 \times F \dots\dots\dots (3)$$

- 式中：
- F — 乳化管总体积的校正因子；
 - V_0 — 乳化管总体积，单位为毫升（mL）；
 - V_2' — 测定沉淀体积和顶部乳膏或浮油的体积，单位为毫升（mL）；
 - V_2 — 测量时记录的沉淀体积和顶部乳膏或浮油的体积，单位为毫升（mL）。

5.10.3.3 重新分散性测性

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。

5.10.3.4 测定结果

测定结果符合表2要求为合格。

表2 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
	乳膏或乳油	≤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
	乳膏或乳油	≤2.0 mL

5.11 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文件要求为合格。

5.12 热储稳定性试验

按 GB/T 19136—2003 中2.1进行，热储后，烟嘧磺隆、莠去津分解率均不大于5%，pH值、分散稳定性、倾倒性、湿筛试验仍符合要求为合格。

6 验收和质量保证期

6.1 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

6.2 质量保证期

在规定的储运条件下，烟嘧·莠去津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，各项指标均应符合文件要求。

7 标志、标签、包装和储运

7.1 标志、标签和包装

烟嘧·莠去津可分散油悬浮剂的标志、标签和包装，应符合 GB 3796 的规定。

烟嘧·莠去津可分散油悬浮剂采用聚酯瓶包装，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。

7.2 储运

烟嘧·莠去津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)

烟嘧磺隆、莠去津的其它名称、结构式和基本物化参数

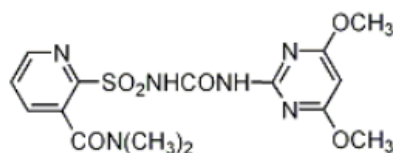
A.1 本产品有效成分烟嘧磺隆的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

ISO通用名称: Nicosulfuron

CAS号: 111991-09-4

化学名称: 3-(4,6-二甲氧基嘧啶-2-基)-1-(3-二甲基氨基甲酰吡啶-2-基)磺酰脲

结构式:



分子式: $C_{15}H_{18}N_6O_6S$

相对分子质量: 410.4

生物活性: 除草

外观: 无色晶体

溶解性: 水中溶解度: (g/L): 7.4 (pH 7);

有机溶剂中溶解度 (g/kg, 25°C): 丙酮18, 乙醇4.5, 氯仿、N,N二甲基甲酰胺64, 乙腈23, 甲苯0.370, 己烷<0.02, 二氯甲烷160。

稳定性: 水解 $DT_{50}=15$ d(pH 5), pH=7和pH=9时水解稳定

基本理化性质: 熔点: 169~172°C, $KowlogP=-0.36$ (pH 5)、 -1.8 (pH 7)、 -2 (pH 9), 蒸气压: $<8 \times 10^{-7}$ mPa(25°C), 亨利常数: 1.48×10^{-11} Pa m³/mol-1(计算值), 密度: 3.013。

A.2 本产品有效成分莠去津的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

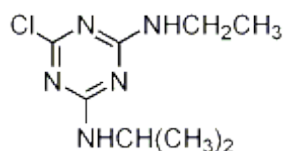
中文通用名称: 莠去津

ISO通用名称: Atrazine

CAS号: 1912-24-9

化学名称: 2-氯-4-氨基-6-异丙氨基-1, 3, 5-三嗪

结构式:



分子式: $C_8H_{14}ClN_5$

相对分子质量: 215.7

生物活性: 除草

外观: 无色粉末

溶解性：水中溶解度（mg/L，22℃）：33（pH 7）；有机溶剂中溶解度（g/L，25℃）：乙酸乙酯24、丙酮31、二氯甲烷28、乙醇15、甲苯4.0、正己烷0.11、辛醇8.7。

稳定性：在中性、弱酸、弱碱介质中相对稳定，在70℃中性介质、强酸、强碱介质中迅速水解成羟基衍生物，水解DT₅₀ 9.5 d（pH 1）、86 d（pH 5）、5.0 d（pH 13）

基本理化性质：熔点：175.8℃，KowlogP=-2.5（25℃），蒸气压：3.85×10⁻²mPa（25℃），亨利常数：1.5×10⁻⁴ Pa m³/mol⁻¹(计算值)，密度：1.23（22℃）。
