

团 体 标 准

T/CCPIA xxx-2022

烟·硝·莠去津可分散油悬浮剂

Nicosulfuron, mesotrione and atrazine oil-based suspension concentrate

(征求意见稿)

2022 - 00 - 00 发布

2022 - 00 - 00 实施

中国农药工业协会 发 布

前 言

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

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并归口。

本文件起草单位：XXX、XXX、XXX。

本文件主要起草人：XXX、XXX、XXX。

烟·硝·莠去津可分散油悬浮剂

1 范围

本文件规定了烟·硝·莠去津可分散油悬浮剂的技术要求、试验方法、检验规则、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运。

本文件适用于烟·硝·莠去津可分散油悬浮剂产品的质量控制。

注：烟嘧磺隆、硝磺草酮和莠去津的其他名称、结构式和基本物化参数参见附录A。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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—2021 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 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—2021 农药热储稳定性测定方法
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 技术要求

4.1 外观

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·硝·莠去津可分散油悬浮剂应符合表1的要求。

表1 烟·硝·莠去津可分散油悬浮剂控制项目指标

项 目			指 标	
			35%规格	240 g/L规格
烟嘧磺隆质量分数 ^a /%			3.0 ^{+0.3} _{-0.3}	2.1 ^{+0.3} _{-0.3}
烟嘧磺隆质量浓度（20℃）/（g/L）			29.2 ^{+2.9} _{-2.9}	20.0 ^{+3.0} _{-3.0}
硝磺草酮质量分数 ^a /%			7.0 ^{+0.7} _{-0.7}	4.1 ^{+0.4} _{-0.4}
硝磺草酮质量浓度（20℃）/（g/L）			68.1 ^{+6.8} _{-6.8}	40.0 ^{+4.0} _{-4.0}
莠去津质量分数 ^a /%			25.0 ^{+1.5} _{-1.5}	18.5 ^{+1.1} _{-1.1}
莠去津质量浓度（20℃）/（g/L）			243 ^{+14.5} _{-14.5}	180 ^{+10.8} _{-10.8}
水分/%			≤1.0	
pH			2.5~5.5	
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			≤45	
分散稳定性	最初分散性		分散完全	
	一定时间后分散性（30 min）	沉淀/mL	≤1.0	
		乳膏或浮油/mL	≤1.0	
	重新分散性（24 h）		分散完全	
	重新分散性（24.5 h）	沉淀/mL	≤1.0	
		乳膏或浮油/mL	≤1.0	
低温稳定性 ^b			冷储后，湿筛试验、分散稳定性仍应符合本文件要求。	
热储稳定性 ^b			热储后，烟嘧磺隆、硝磺草酮和莠去津质量分数应不低于热储前测得质量分数的90%，pH、倾倒性、湿筛试验、分散稳定性仍应符合本文件要求。	
^a 当质量发生争议时，以烟嘧磺隆、硝磺草酮、莠去津质量分数为仲裁依据。				
^b 正常生产时，低温稳定性和热储稳定性试验每3个月至少进行一次。				

5 试验方法

警示：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。

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，均指分析纯试剂和蒸馏水。

5.2 取样

按 GB/T 1605—2001 中 5.3.2 规定执行，用随机数表法确定取样的包装件，最终取样量应不少于 1000 mL。

5.3 鉴别试验

液相色谱法——本鉴别试验可与烟嘧磺隆（硝磺草酮、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，试样溶液中某色谱峰的保留时间与标样溶液中烟嘧磺隆（硝磺草酮、莠去津）色谱峰的保留时间，其相对差应在 1.5% 以内。

5.4 外观的测定

采用目测法测定。

5.5 烟嘧磺隆、硝磺草酮和莠去津质量分数、质量浓度的测定

5.5.1 方法提要

试样用水分散、用乙腈溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以 C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长 270 nm 下对试样中的烟嘧磺隆、硝磺草酮和莠去津进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

5.5.2 试剂和溶液

5.5.2.1 乙腈：色谱级。

5.5.2.2 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.5.2.3 磷酸。

5.5.2.4 磷酸溶液： ψ （磷酸：水）=1：1000。

5.5.2.5 烟嘧磺隆标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.5.2.6 硝磺草酮标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.5.2.7 莠去津标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.5.3 仪器

5.5.3.1 高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

5.5.3.2 色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装 C_{18} 、5 μm 填充物(或具有同等效果的色谱柱)。

5.5.3.3 过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm 。

5.5.3.4 定量进样管：5 μL 。

5.5.3.5 超声波清洗器。

5.5.4 高效液相色谱操作条件

5.5.4.1 流动相： ψ （乙腈：磷酸溶液）=35：65。

5.5.4.2 流速：1.0 mL/min。

5.5.4.3 柱温：30 °C ± 2 °C。

5.5.4.4 检测波长：270 nm。

5.5.4.5 进样体积：5 μL。

5.5.4.6 保留时间：烟嘧磺隆约 5.5 min，硝磺草酮约 8.0 min，莠去津约 9.7 min。

5.5.4.7 上述液相色谱操作条件，系典型操作参数。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·硝·莠去津可分散油悬浮剂高效液相色谱图见图 1。

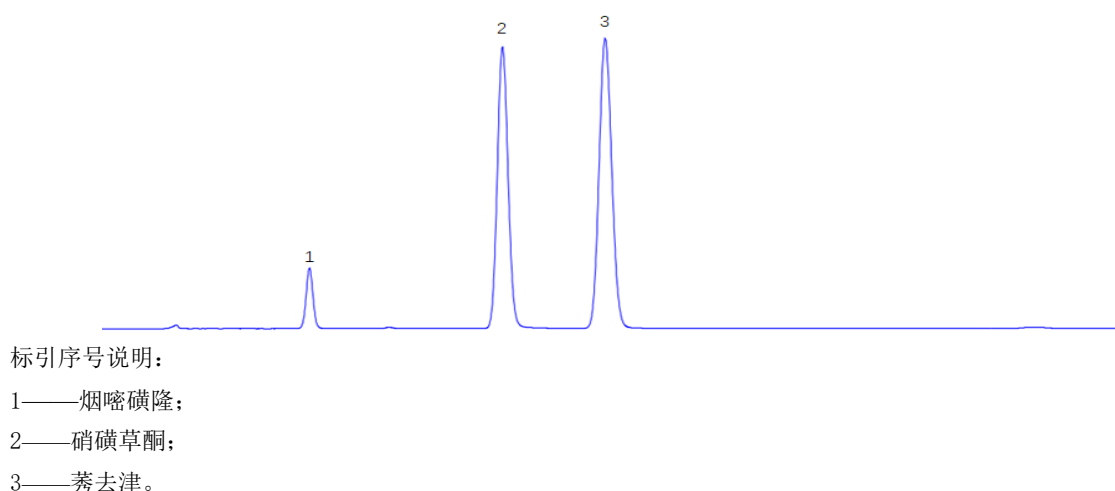


图1 烟·硝·莠去津可分散油悬浮剂高效液相色谱图

5.5.5 测定步骤

5.5.5.1 标样溶液的制备

5.5.5.1.1 测定 35%烟·硝·莠去津可分散油悬浮剂质量分数时标样溶液的制备

称取0.06 g（精确至0.000 1 g）烟嘧磺隆标样和0.14 g（精确至0.000 1 g）硝磺草酮标样，置于50 mL容量瓶中，加入40 mL乙腈，超声波振荡5 min，冷却至室温，用乙腈定容至刻度，摇匀。称取0.05 g（精确至0.000 1 g）莠去津标样，置于另一50 mL容量瓶中，用移液管移取5 mL上述溶液至该容量瓶中，加入40 mL乙腈，超声波振荡5 min，冷却至室温，用乙腈稀释至刻度，摇匀。

5.5.5.1.2 测定 240 g/L 烟·硝·莠去津可分散油悬浮剂质量分数时标样溶液的制备

称取0.04 g（精确至0.000 1 g）烟嘧磺隆标样和0.08 g（精确至0.000 1 g）硝磺草酮标样，置于50 mL容量瓶中，加入40 mL乙腈，超声波振荡5 min，冷却至室温，用乙腈定容至刻度，摇匀。称取0.04 g（精确至0.000 1 g）莠去津标样，置于另一50 mL容量瓶中，用移液管移取5 mL上述溶液至该容量瓶中，加入40 mL乙腈，超声波振荡5 min，冷却至室温，用乙腈稀释至刻度，摇匀。

5.5.5.2 试样溶液的制备

称取0.2 g（精确至0.0002 g）试样，置于50 mL容量瓶中，先加入2 mL水使试样分散，再加入40 mL乙腈，超声波振荡5 min，冷却至室温，用乙腈稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.5.5.3 测定

在上述色谱操作条件下，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（硝磺草酮、莠去津）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。

5.5.6 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的烟嘧磺隆（硝磺草酮、莠去津）峰面积分别进行平均，试样中烟嘧磺隆（硝磺草酮、莠去津）的质量分数按式（1）计算，烟嘧磺隆（硝磺草酮、莠去津）的质量浓度按式（2）计算：

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

$$\rho_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times \omega \times \rho \times 10}{A_1 \times m_2 \times n} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

ω_1 ——试样中烟嘧磺隆（硝磺草酮、莠去津）的质量分数，以百分数（%）表示；

A_2 ——试样溶液中烟嘧磺隆（硝磺草酮、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）；

ω ——标样中烟嘧磺隆（硝磺草酮、莠去津）的质量分数，以百分数（%）表示；

A_1 ——标样溶液中烟嘧磺隆（硝磺草酮、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）；

n ——标样稀释倍数，当计算烟嘧磺隆和硝磺草酮时， $n=10$ ；当计算莠去津时， $n=1$ ；

ρ_1 ——20℃时试样中烟嘧磺隆（硝磺草酮、莠去津）质量浓度的数值，单位为克每升（g/L）；

ρ ——20℃时试样的密度的数值，单位为克每毫升（g/mL）（按 GB/T 32776—2016 中 3.3 或 3.4 进行测定）。

5.5.7 允许差

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

5.6 水分的测定

按 GB/T 1600—2021 中 4.2 规定执行。

5.7 pH 的测定

按 GB/T 1601 规定执行。

5.8 倾倒性的测定

按 GB/T 31737 规定执行。

5.9 湿筛试验

按 GB/T 16150—1995 中 2.2 规定执行。

5.10 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 规定执行。

5.11 分散稳定性试验

5.11.1 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，直立静置和倒置一段时间，观察最初、放置一定时间和重新分散后该分散液的分散性。

5.11.2 仪器和试剂

5.11.2.1 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。

5.11.2.2 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）

5.11.2.3 刻度量筒：250 mL。

5.11.2.4 可调节灯：配 60 W 珍珠泡。

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

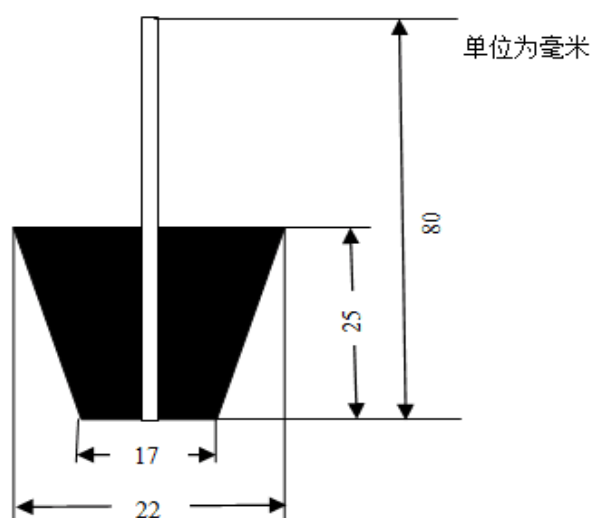


图2 带有玻璃排气管的橡胶塞

5.11.3 操作步骤

在室温下（温差变化应不大于 2℃），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 5 g，滴加时移液管尖端尽量贴近水面，但不要在水面之下。最后加标准硬水至刻度。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，另一个量筒做重新分散性试验。

- a) 最初分散性：观察分散液，记录沉淀、乳膏或浮油。
- b) 放置一定时间后分散性：

- 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（温差变化应不大于 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容易观察到沉淀），记录沉淀体积（精确至 0.05 mL）。
- 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 1 mm，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（温差变化应不大于 2 ℃）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，测量的乳膏或浮油体积的校正因子按式（3）计算，校正后的乳膏或浮油体积按式（4）计算。

$$F = \frac{100}{V_0} \dots\dots\dots (3)$$

$$V_2' = V_2 \times F \dots\dots\dots (4)$$

式中：

F ——测量的乳膏或浮油体积的校正因子；

V_0 ——乳化管总体积，单位为毫升（mL）；

V_2' ——校正后的乳膏或浮油体积，单位为毫升（mL）；

V_2 ——测量的乳膏或浮油体积，单位为毫升（mL）。

- c) **重新分散性：**分散液制备好后，将第二只量筒在室温下静置 24 h，按 5.11.3 颠倒量筒 30 次，观察分散液，记录沉淀、乳膏或浮油；将分散液加到另外的乳化管中，按 5.11.3 b) 静置 30 min，测定沉淀体积、乳膏或浮油的体积。

5.12 低温稳定性试验

按 GB/T 19137—2003 中 2.2 规定执行。

5.13 热储稳定性试验

按 GB/T 19136—2021 中 4.4.1 规定执行。40 ℃ ± 2 ℃，储存 8 周，热储前后试样的质量变化率应不大于 1%。

6 检验规则

6.1 出厂检验

每批产品均应做出厂检验，经检验合格签发合格证后，方可出厂。出厂检验项目为第 4 章技术指标中除低温稳定性和热储稳定性以外的所有项目。

6.2 型式检验

型式检验项目为第 4 章中的全部项目，在正常连续生产情况下，每 3 个月至少进行一次。有下述情况之一，应进行型式检验：

- a) 原料有较大改变，可能影响产品质量时；
- b) 生产地址、生产设备或生产工艺有较大改变，可能影响产品质量时；
- c) 停产后又恢复生产时；

d) 国家法定质量监管机构提出型式检验要求时。

6.3 判定规则

按 GB/T 8170—2008 中4.3.3判定检验结果是否符合本文件要求。

按第5章检验方法对产品进行出厂检验和型式检验,任一项目不符合第4章的技术要求判为该批次产品不合格。

7 验收和质量保证期

7.1 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

7.2 质量保证期

在 8.2 的储运条件下,烟·硝·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,各项指标均应符合本文件要求。

8 标志、标签、包装、储运

8.1 标志、标签和包装

烟·硝·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·硝·莠去津可分散油悬浮剂应采用聚酯瓶包装,每瓶净含量100 g、500 g或1000 g,外用瓦楞纸箱包装,每箱净含量不超过12 kg。也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 的有关规定。

8.2 储运

烟·硝·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)

烟嘧磺隆、硝磺草酮和莠去津的其他名称、结构式和基本物化参数

A.1 烟嘧磺隆的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

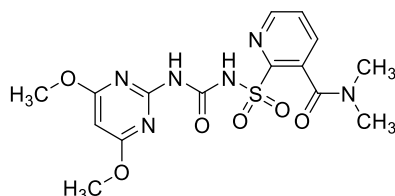
——ISO通用名称：Nicosulfuron；

——CAS登录号：[111991-09-4]；

——CIPAC数字代码：709；

——化学名称：2-[[(4,6-二甲氧基嘧啶-2-基)氨基甲酰基]氨基磺酰基]-N,N-二甲基吡啶-3-甲酰胺；

——结构式：

——分子式：C₁₅H₁₈N₆O₆S；

——相对分子质量：410.4；

——生物活性：除草；

——熔点：169 °C~172 °C；

——蒸气压 (25 °C)：<8×10⁻⁷ mPa；

——溶解度 (g/L, 20 °C~25 °C)：水 7.4 (pH 7)，丙酮 14、乙腈 18、苯 1.5、氯仿 94、二氯甲烷 212、N,N-二甲基甲酰胺 61、乙醇 3.6、乙酸乙酯 3.4、正己烷<0.013、异丙醇 0.95、甲醇 0.35、四氢呋喃 23、甲苯 0.32、二甲苯 0.17 (28 °C)；

——稳定性：水解 DT₅₀ 15 d (pH 5)，在 pH 7 和 pH 9 条件下稳定。

A.2 硝磺草酮的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

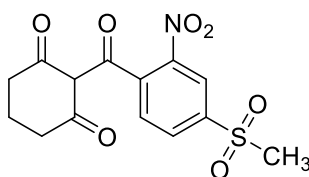
——ISO通用名称：Mesotrione；

——CAS登录号：[104206-82-8]；

——CIPAC数字代码：625；

——化学名称：2-[4-(甲磺酰基)-2-硝基苯甲酰基]环己烷-1,3-二酮；

——结构式：

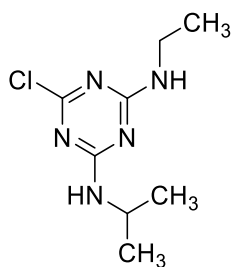
——分子式：C₁₄H₁₃NO₅S；

——相对分子质量：339.3；

- 生物活性：除草；
- 熔点：165 °C（分解）；
- 蒸气压（20 °C）： $<5.69 \times 10^{-3}$ mPa；
- 溶解度：水 160（无缓冲）、 2.2×10^3 （pH 4.8）、 1.5×10^4 （pH 6.9）、 2.2×10^4 （pH 9）（mg/L，20 °C~25 °C），丙酮 93.3、乙腈 117、1，2-二氯乙烷 66.3、乙酸乙酯 18.6、正庚烷<0.5、甲醇 4.6、甲苯 3.1、二甲苯 1.6（g/L，20 °C~25 °C）；
- 稳定性：在 pH 4~9，25 °C、50 °C 条件下，水中稳定。

A.3 莠去津的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

- ISO通用名称：Atrazine；
- CAS登录号：[1912-24-9]；
- CIPAC数字代码：91；
- 化学名称：6-氯-*N*²-乙基-*N*⁴-异丙基-1,3,5-三嗪-2,4-二胺；
- 结构式：



- 分子式：C₈H₁₄ClN₅；
- 相对分子质量：215.7；
- 生物活性：除草；
- 熔点：175.8 °C；
- 蒸气压（25 °C）：0.038 5 mPa；
- 溶解度：水 33（mg/L，pH 7，20 °C~25 °C），丙酮 31、二氯甲烷 28、乙醇 15、乙酸乙酯 24、正己烷 0.11、正辛醇 8.7、甲苯 4.0（g/L，20 °C~25 °C）；
- 稳定性：在中性、弱酸性和弱碱性介质中相对稳定，在强酸、碱性条件下及 70 °C 中性介质中，快速水解制得羟基衍生物，水解 DT₅₀ 9.5 d（pH 1）、86 d（pH 7）、5.0 d（pH 13）。