

团 体 标 准

T/CCPIA xxx-2022

8%环磺酮可分散油悬浮剂

8 % Tembotrione 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。

8%环磺酮可分散油悬浮剂

1 范围

本文件规定了8 %环磺酮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8 %环磺酮可分散油悬浮剂产品的质量控制。

注：环磺酮和相关杂质氢氰酸的其他名称、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

8 %环磺酮可分散油悬浮剂应符合表1的要求。

表1 8%环磺酮可分散油悬浮剂控制项目指标

项 目			指 标
环磺酮质量分数 ^a / %			8.0 ^{+0.8} _{-0.8}
环磺酮质量浓度（20℃）/（g/L）			78.0 ^{+7.8} _{-7.8}
氢氰酸含量 ^b /（g/kg）			≤0.2
水分/ %			≤2.0
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）/ %			≥99
持久起泡性（1 min后泡沫量）/ mL			≤25
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	≤1.5
	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	≤1.5
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，环磺酮质量分数应不低于热储前测得质量分数的95 %，氢氰酸含量、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，以环磺酮质量分数为仲裁依据。

^b 正常生产时，氢氰酸含量、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——本鉴别试验可与环磺酮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环磺酮色谱峰的保留时间，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 环磺酮质量分数、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284 nm下对试样中的环磺酮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 环磺酮标样：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：250 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）=60：40。

5.5.4.2 流速：1.0 mL/min。

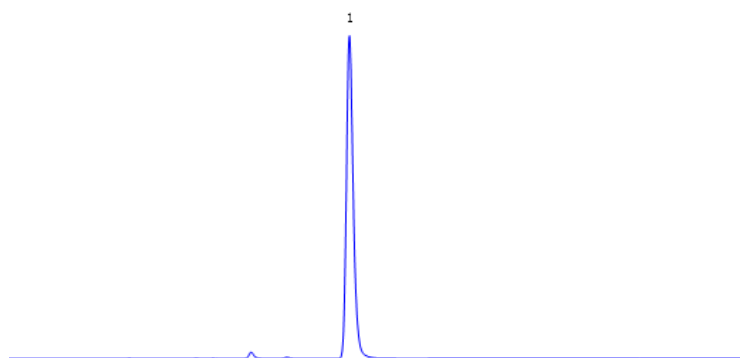
5.5.4.3 柱温：30 $^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

5.5.4.4 检测波长：284 nm。

5.5.4.5 进样体积：5 μL 。

5.5.4.6 保留时间：环磺酮约 5.5 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8%环磺酮可分散油悬浮剂高效液相色谱图见图1。



标引序号说明：

1——环磺酮。

图1 8%环磺酮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

称取0.05 g（精确至0.000 1 g）环磺酮标样，置于100 mL容量瓶中，用乙腈溶解并稀释至刻度，摇匀。

5.5.5.2 试样溶液的制备

称取含0.05 g（精确至0.000 1 g）环磺酮的试样，置于100 mL容量瓶中，先加入2 mL水使试样分散，再加入50 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，直至相邻两针环磺酮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环磺酮峰面积分别进行平均，试样中环磺酮的质量分数按式（1）计算，环磺酮的质量浓度按式（2）计算：

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

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

式中：

ω_1 ——试样中环磺酮的质量分数，以百分数（%）表示；

A_2 ——试样溶液中环磺酮峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量的数值，单位为克（g）；

ω ——标样中环磺酮的质量分数，以百分数（%）表示；

A_1 ——标样溶液中环磺酮峰面积的平均值；

m_2 ——试样的质量的数值，单位为克（g）；

ρ_1 ——20℃时试样中环磺酮质量浓度的数值，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

环磺酮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 氢氰酸含量的测定

5.6.1 方法提要

试样用水溶解，以氢氧化钾溶液为淋洗液，使用阴离子分析柱和具有电导检测器的离子色谱仪，对试样中的氰根离子进行离子色谱分离，外标法定量。

5.6.2 试剂和溶液

5.6.2.1 氢氧化钾。

5.6.2.2 水：超纯水。

5.6.2.3 水中氰成分分析标准物质：已知氰根离子浓度，50 µg/mL。

5.6.3 仪器

5.6.3.1 离子色谱仪：具有电导检测器。

5.6.3.2 色谱柱：250 mm×4.0 mm (i.d.) IonPac AS23 阴离子分析柱。

5.6.3.3 过滤器：滤膜孔径约 0.22 µm。

5.6.3.4 定量进样管：25 µL。

5.6.3.5 超声波清洗器。

5.6.4 离子色谱操作条件

5.6.4.1 淋洗液：氢氧化钾溶液， $c=15$ mmol/L。

5.6.4.2 流速：1.0 mL/min。

5.6.4.3 柱温：30℃。

5.6.4.4 电导池温度：35℃。

5.6.4.5 进样体积：25 µL。

5.6.4.6 保留时间：氰根离子约 5.1 min。

5.6.4.7 上述离子色谱操作条件，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 8%环磺酮可分散油悬浮剂离子色谱图（测定氰根离子）见图 2。

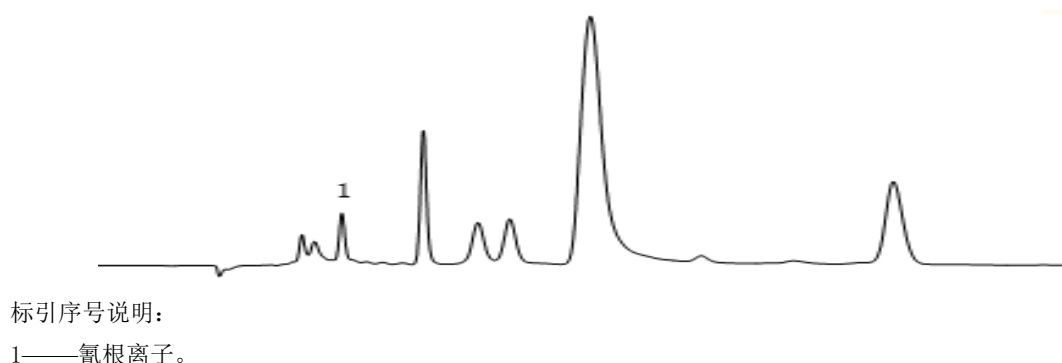


图2 8%环磷酮可分散油悬浮剂离子色谱图（测定氰根离子）

5.6.5 测定步骤

5.6.5.1 标样溶液的制备

用移液管移取10 mL水中氰成分分析标准物质，置于50 mL容量瓶中，用超纯水稀释至刻度，摇匀。

5.6.5.2 试样溶液的制备

称取5.0 g（精确至0.000 1 g）试样，置于50 mL容量瓶中，用超纯水稀释至刻度，超声波振荡15 min，冷却至室温，摇匀，过滤。

5.6.5.3 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，直至相邻两针氰根离子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。

5.6.6 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氰根离子峰面积分别进行平均，试样中氢氰酸的含量按式（3）计算：

$$\omega_2 = \frac{C_0 \times V \times A_4}{A_3 \times m_3} \times \frac{M_1}{M_2} \times 10^{-3} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

ω_2 ——试样中氢氰酸的含量，单位为克每千克（g/kg）；

C_0 ——水中氰成分分析标准物质中氰根离子的浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V ——标样溶液中水中氰成分分析标准物质的移取体积，单位为毫升（mL）；

A_4 ——试样溶液中氰根离子峰面积的平均值；

A_3 ——标样溶液中氰根离子峰面积的平均值；

m_3 ——试样的质量的数值，单位为毫克（g）；

M_1 ——氢氰酸的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M_1=27.03$ ）；

M_2 ——氰根离子的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M_2=26.03$ ）；

10^{-3} ——换算系数。

5.6.7 允许差

氢氰酸含量两次平行测定结果相对差应不大于 20%，取其算术平均值作为测定结果。

5.7 水分的测定

按 GB/T 1600—2021 中 4.2 规定执行。

5.8 pH 的测定

按 GB/T 1601 规定执行。

5.9 倾倒性的测定

按 GB/T 31737 规定执行。

5.10 湿筛试验

按 GB/T 16150—1995 中 2.2 规定执行。

5.11 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 规定执行。

5.12 分散稳定性试验

5.12.1 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。

5.12.2 仪器和试剂

5.12.2.1 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。

5.12.2.2 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）

5.12.2.3 刻度量筒：250 mL。

5.12.2.4 可调节灯：配 60 W 珍珠泡。

5.12.2.5 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。

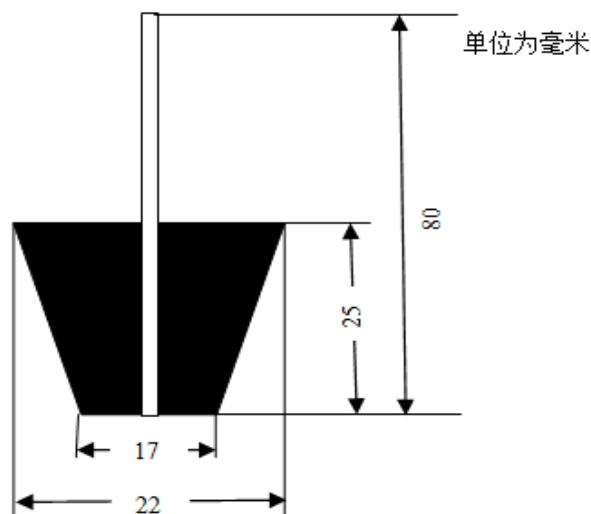


图3 带有玻璃排气管的橡胶塞

5.12.3 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（4）计算，校正后的乳膏或浮油体积按式（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 ——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 5.12.3 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 5.12.3 b) 静置 30 min，测定沉淀体积、乳膏或浮油的体积。

5.13 低温稳定性试验

按 GB/T 19137—2003 中 2.2 规定执行。

5.14 热储稳定性试验

按 GB/T 19136—2021 中 4.4.1 规定执行。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 章技术指标中除氢氰酸含量、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，8% 环磷酮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

8%环磺酮可分散油悬浮剂的标志、标签和包装，应符合 GB 3796 的规定；8%环磺酮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

8%环磺酮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)

环磺酮、氢氰酸的其他名称、结构式和基本物化参数

A.1 环磺酮的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

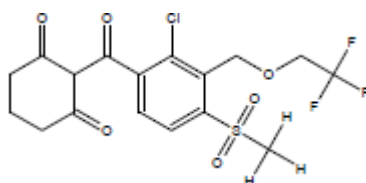
——ISO通用名称：Tembotrione；

——CAS登录号：[335104-84-2]；

——CIPAC数字代码：790；

——化学名称：2-[2-氯-4-甲磺酰基-3-[(2,2,2-三氟乙氧基)甲基]苯甲酰基]-1,3-环己二酮；

——结构式：

——分子式：C₁₇H₁₆ClF₃O₆S；

——相对分子质量：440.8；

——生物活性：除草；

——熔点：123 ℃；

——蒸气压 (20 ℃)：1.1×10⁻⁸ Pa；——溶解度 (g/L, 20 ℃)：水 0.22 (pH 4)、28.30 (pH 7)、29.69 (pH 9)，乙醇 8.2、甲苯 75.7、乙酸乙酯 180.2、丙酮 300~600、二氯甲烷>600、二甲基亚砜>600、正己烷 4.76×10⁻²；

——稳定性：室温下稳定。

A.2 氢氰酸的其他名称和基本物化参数如下：

——英文名称：Hydrogen cyanide；

——CAS登录号：[74-90-8]；

——分子式：HCN；

——相对分子质量：27.03；

——熔点：-13.2 ℃。