

团 体 标 准

T/CCPIA 004-2019

25%硝磺草酮·莠去津可分散油悬浮剂

25% Mesotrione · atrazine oil-based suspension concentrates

2019 - 02 - 25 发布

2019 - 03 - 01 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：浙江中山化工集团股份有限公司、连云港立本作物科技有限公司、侨昌现代农业有限公司、河北荣威生物药业有限公司、农业农村部农药检定所。

本标准主要起草人：石凯威、王琴、张磊、戴占勇、邹淑芳、侯晶晶、王庆敏。

CCPIA
团体标准

25%硝磺草酮·莠去津可分散油悬浮剂

1 范围

本标准规定了25%硝磺草酮·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。

本标准适用于由符合标准的硝磺草酮原药、莠去津原药与适宜的助剂和填料加工而成的25%硝磺草酮·莠去津可分散油悬浮剂。

注：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 16150—1995 农药粉剂、可湿性粉剂细度测定方法

GB/T 19137—2003 农药低温稳定性测定方法

GB/T 19136—2003 农药热贮稳定性测定方法

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

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

25%硝磺草酮·莠去津可分散油悬浮剂还应符合表1要求。

表1 25%硝磺草酮·莠去津可分散油悬浮剂控制项目指标

项 目		指 标
硝磺草酮质量分数/%		5.0 ^{+0.5} _{-0.5}
莠去津质量分数/%		20.0 ^{+1.2} _{-1.2}
pH 范围		3.0~6.0
湿筛试验（通过 75 μm 试验筛）/%	≥	98
水分/%	≤	3.0
持久起泡性（1min 后泡沫量）/mL	≤	25
倾倒性	倾倒后残余物/%	≤ 5.0
	洗涤后残余物/%	≤ 0.5
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。		

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。检验结果的判定按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，最终抽样量不少于600 mL。

4.3 鉴别试验

高效液相色谱法——本鉴别试验可与硝磺草酮和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，试样溶液中色谱峰的保留时间与标样溶液中硝磺草酮和莠去津色谱峰的保留时间的相对差值应在1.5%以内。

4.4 硝磺草酮和莠去津质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水（磷酸调pH至3.0）为流动相，使用以C₁₈为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长270 nm下对试样中的硝磺草酮和莠去津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：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

磷酸。

硝磺草酮标样：已知质量分数， $\omega \geq 99.0\%$ 。

莠去津标样：已知质量分数， $\omega \geq 99.0\%$ 。

4.4.3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外可见检测器。

色谱数据处理机或色谱工作站。

色谱柱：150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装C₁₈、5 μm填充物（或具等同效果的色谱柱）。

过滤器：滤膜孔径约0.45 μm。

微量进样器：50 μL。

定量进样管：5 μL。

超声波清洗器。

4.4.4 高效液相色谱操作条件

流动相： Ψ [乙腈：水（磷酸调pH至3.0）]=40：60，经滤膜过滤，并进行脱气。

流速：1.0 mL/min。

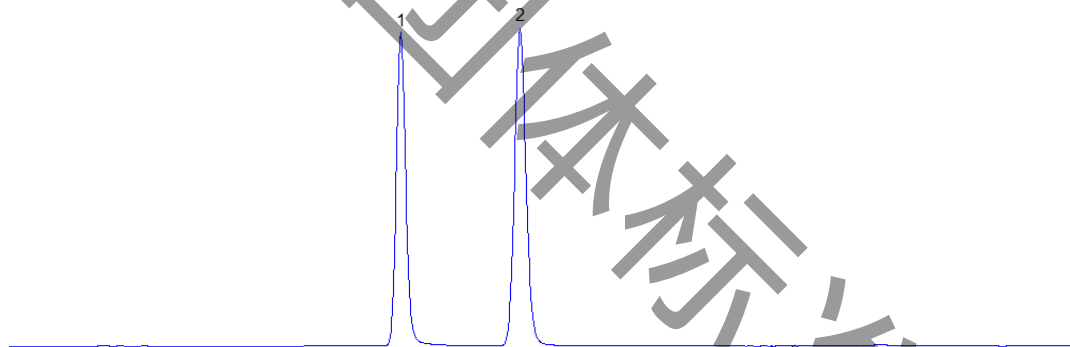
柱温：室温（温差变化应不大于2℃）。

检测波长：270 nm。

进样体积：5 μL。

保留时间：硝磺草酮约5.5 min；莠去津约7.1 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做适当调整，以期获得最佳效果，典型的25%硝磺草酮·莠去津可分散油悬浮剂高效液相色谱图见图1。



说明：

1——硝磺草酮；

2——莠去津。

图1 25%硝磺草酮·莠去津可分散油悬浮剂的高效液相色谱图

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的制备

称取0.1 g（精确至0.000 1 g）硝磺草酮标样于50 mL容量瓶中，用乙腈定容至刻度，超声波振荡5 min使标样溶解，冷却至室温，摇匀作为A溶液。再称取0.08 g（精确至0.000 1 g）莠去津标样于另一50 mL容量瓶中，用移液管移取10 mL A溶液，用乙腈定容至刻度，超声波振荡5 min，冷却至室温，摇匀，作为B溶液。最后，用移液管移取2 mL B溶液至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0.004 g（精确至0.000 1 g）硝磺草酮的试样于50 mL容量瓶中，用乙腈稀释至刻度，超声波振荡5 min使试样溶解，冷却至室温，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，直至相邻两针硝磺草酮与莠去津面积相对变化小于1.5%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硝磺草酮与莠去津峰面积分别进行平均，试样中硝磺草酮（莠去津）的质量分数按式（1）计算：

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

式中：

ω_1 ——试样中硝磺草酮（莠去津）的质量分数，以%表示；

A_2 ——试样溶液中硝磺草酮（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 ——标样中硝磺草酮（莠去津）的质量分数，以%表示；

A_1 ——标样溶液中硝磺草酮（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 ——标样溶液的稀释倍数，当计算硝磺草酮时， $n=25$ ，当计算莠去津时， $n=5$ 。

4.4.6 允许差

两次平行测定结果之差，硝磺草酮应不大于0.2%，莠去津应不大于0.5%，取其算术平均值作为测定结果。

4.5 pH值的测定

按 GB/1601 进行。

4.6 湿筛试验

按 GB/T 16150—1995 中2.2进行。

4.7 水分的测定

按 GB/T 1600—2001 中2.1进行。

4.8 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 进行。

4.9 倾倒性的测定

按 GB/T 31737 进行。

4.10 分散稳定性

4.10.1 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，再颠倒乳化管次数，观察最初、放置一定时间和重新分散后该分散液的分散性。

4.10.2 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；

橡胶塞：与如乳化管配套，带有 80 mm 长玻璃排气管（外径 4.5 mm，内径 2.5 mm，见图 2）；

量筒刻度：250 mL；

可调节灯：配 60 W 珍珠泡；

标准硬水： $\rho(\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}) = 342 \text{ mg/L}$ ，按 GB/T 14825 配制。

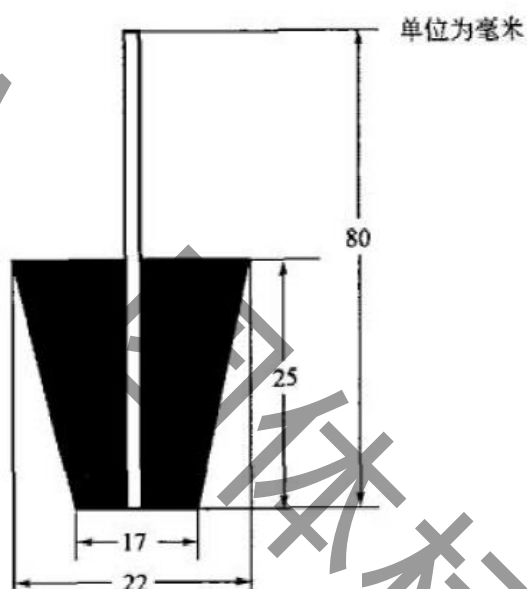


图2 带有玻璃排气管的橡胶塞

4.10.3 操作步骤

4.10.3.1 测试溶液的准备

在室温下(温差变化应不大于 2 °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 5 g（或其他规定数量），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。

4.10.3.2 最初分散性

观察分散液，记录沉淀、乳膏或浮油。

4.10.3.3 放置一定时间后的分散性

4.10.3.3.1 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）。

4.10.3.3.2 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，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，测量乳膏或浮油的体积时的校正因子按式（2）计算，并按式（2'）校正测量出乳膏或浮油的体积。

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

$$V_2' = V_2 \times F \quad \dots\dots\dots(2')$$

式中：

F ——测量乳膏或浮油的体积时的校正因子；

V_0 ——乳化管总体积。

V_2' ——测定沉淀体积和乳膏或浮油的体积；

V_2 ——测量的沉淀体积和乳膏或浮油的体积。

4.10.3.4 重新分散性确定

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，记录没有完全重新分散的沉淀，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。

4.10.4 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

4.11 低温稳定性试验

按 GB/T 19137—2003 中2.2进行，湿筛试验和分散稳定性仍符合标准要求为合格。

4.12 热储稳定性试验

按 GB/T 19136—2003 中2.1进行, 硝磺草酮和莠去津的质量分数不低于储前的95%, pH值、湿筛试验、倾倒性、分散稳定性符合标准要求为合格。

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, 25%硝磺草酮·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, 各项指标均应符合标准要求。

6 标志、标签、包装、储运

6.1 标志、标签和包装

25%硝磺草酮·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。

应采用洁净、干燥的玻璃瓶或聚酯瓶包装, 每瓶净含量为50 mL、100 mL、500 mL, 外用瓦楞纸包装, 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, 但需符合GB 3796的规定。

6.2 储运

25%硝磺草酮·莠去津可分散油悬浮剂包装件应储存在通风、干燥、阴凉的库房中。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)

硝磺草酮和莠去津的其他名称、结构式和基本物化参数

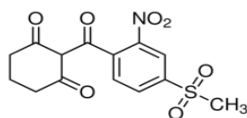
A.1 本产品有效成分硝磺草酮的其他名称、结构式和基本物化参数

ISO通用名称: Mesotrione

CAS登记号: 104206-82-8

化学名称: 2-(4-甲磺酰基)-2-硝基苯甲酰)环己烷-1, 3-二酮

结构式:



实验式: $C_{14}H_{13}NO_7S$

相对分子质量: 339.3

生物活性: 除草

熔点: 165 °C

蒸汽压 (20 °C): $<5.69 \times 10^{-3}$ mPa

溶解度 (g/L, 20 °C): 水 0.16 (非缓冲水), 2.2 (pH 4.8), 15 (pH 6.9), 22 (pH 9); 乙腈 117, 丙酮 93.3, 1,2-二氯乙烷 66.3, 乙酸乙酯 18.6, 甲醇 4.6, 甲苯 3.1, 二甲苯 1.6, 正庚烷 <0.5

稳定性 (25 °C 和 50 °C): 在 pH 4~9 水解稳定。

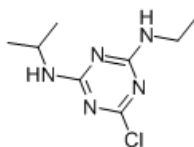
A.2 本产品有效成分莠去津的其他名称、结构式和基本物化参数

ISO通用名称: Atrazine

CIPAC数字代码: 91

化学名称: 2-氯-4-二乙胺基-6-异丙胺基-1, 3, 5-三嗪

结构式:



实验式: $C_8H_{14}ClN_5$

相对分子质量: 215.7

生物活性: 除草

熔点: 175.8 °C

蒸汽压 (25 °C): 3.85×10^{-2} mPa

溶解度 (25 °C): 水 33 mg/L (pH 7, 22 °C); 乙酸乙酯 24 g/L, 丙酮 31 g/L, 二氯甲烷 28 g/L, 乙醇 15 g/L, 甲苯 4.0, 正己烷 0.11 g/L, 正辛醇 8.7 g/L

稳定性: 在 70 °C 下, 中性介质中缓慢地水解为无除草活性的 6-羟基衍生物, 在中性、酸性或碱性介质中稳定。土壤中 DT_{50} 60 d~150 d。