

团 体 标 准

T/CCPIA 034—2020

30%苯唑草酮悬浮剂

30% Topramezone 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：青岛清原农冠抗性杂草防治有限公司、巴斯夫植物保护（江苏）有限公司、吉林金秋农药有限公司、北京大农时代农药技术研究所、山东省农药科学研究院。

本标准主要起草人：林波、冯彦妮、狄凤娟、朱洪伟、路兴涛、赵德、张兆真、张风林、杨冬梅、徐欣媛、余世锋、胡俊杰。



CCPIA

30% 苯唑草酮悬浮剂

1 范围

本标准规定了 30% 苯唑草酮悬浮剂的要求、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苯唑草酮原药与适宜的助剂和填料加工成的 30% 苯唑草酮悬浮剂。

注：苯唑草酮的其他名称、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 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

3 要求

3.1 外观

应为类白色至米色的可流动的、易测量体积的稳定悬浮液体，在储存过程中可能出现分层或沉淀，经手摇动应恢复原状，不应有结块。

3.2 技术指标

30% 苯唑草酮悬浮剂还应符合表 1 要求。

表1 30%苯唑草酮悬浮剂控制项目指标

项 目		指 标
苯唑草酮质量分数/%		$30.0_{-1.5}^{+1.5}$
pH 范围		2.0~5.0
湿筛试验（通过 75 μ m 试验筛）/%		\geq 98
倾倒性	倾倒后残余物/%	\leq 5.0
	洗涤后残余物/%	\leq 0.5
悬浮率/%		\geq 90
持久起泡性（1 min 后泡沫量）/mL		\leq 60
低温稳定性 ^a		合格
热储稳定性 ^a		合格
^a 正常生产时，低温稳定性和热储稳定性试验，每 3 个月至少进行一次。		

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 中的 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

高效液相色谱法——本鉴别试验可与苯唑草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苯唑草酮色谱峰的保留时间，其相对差值应在 1.5% 以内。

4.4 苯唑草酮质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样用四丁基氢氧化铵溶液溶解，以 pH=7 的四丁基氢氧化铵水溶液和乙腈为流动相，使用以 C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长 255 nm 下对试样中的苯唑草酮进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

4.4.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯。

四丁基氢氧化铵：25%。

四丁基氢氧化铵溶液：称取 16 g 四丁基氢氧化铵溶解于 375 mL 水和 125 mL 乙腈中。

水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

乙酸水溶液：5%。

苯唑草酮标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

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

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm 。

微量进样器：10 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：取四丁基氢氧化铵溶液 1 L，用 5% 的乙酸水溶液调 pH=7，经滤膜过滤，并进行脱气。

流量：1.5 mL/min。

柱温：30 $^{\circ}\text{C}$ 。

检测波长：255 nm。

进样体积：5 μL 。

保留时间：苯唑草酮约 16.1 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作适当调整，以期获得最佳效果。典型的 30% 苯唑草酮悬浮剂高效液相色谱图见图 1。

说明：

1——苯唑草酮。

图1 30%苯唑草酮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 0.05 g (精确至 0.000 1 g) 标样于 50 mL 容量瓶中, 加入 20 mL 四丁基氢氧化铵溶液溶解, 超声波振荡 5 min, 冷却至室温, 用四丁基氢氧化铵溶液稀释至刻度, 摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.05 g (精确至 0.000 1 g) 苯唑草酮的试样于 50 mL 容量瓶中, 加入 20 mL 四丁基氢氧化铵溶液溶解, 超声波振荡 5 min, 冷却至室温, 用四丁基氢氧化铵溶液稀释至刻度, 摇匀。

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, 直至相邻两针苯唑草酮峰面积相对变化小于 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苯唑草酮峰面积分别进行平均, 试样中苯唑草酮质量分数按式 (1) 计算:

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

式中:

ω_1 ——试样中苯唑草酮的质量分数, 以%表示;

A_2 ——试样溶液中苯唑草酮峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量, 单位为克 (g);

ω ——标样中苯唑草酮的质量分数, 以%表示;

A_1 ——标样溶液中苯唑草酮峰面积的平均值;

m_2 ——试样的质量, 单位为克 (g)。

4.4.6 允许差

苯唑草酮质量分数两次平行测定结果之差应不大于 0.4%, 取其算术平均值作为测定结果。

4.5 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.6 悬浮率的测定

称取 0.06 g (精确至 0.000 1 g) 试样, 按 GB/T 14825 中 4.2 进行测定。将留在量筒底部的 1/10 悬浮液转移至 100 mL 容量瓶中, 用 60 mL 四丁基氢氧化铵溶液分 3 次将剩余物全部洗入 100 mL 容量瓶中, 超声波振荡 10 min, 冷却至室温, 用四丁基氢氧化铵溶液稀释至刻度, 摇匀, 过滤。按 4.4 测定苯唑草酮的质量, 计算其悬浮率。

4.7 倾倒性的测定

按 GB/T 31737 进行。

4.8 湿筛试验

按 GB/T 16150—1995 中2.2进行。

4.9 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 进行。

4.10 低温稳定性试验

按 GB/T 19137—2003 中2.2进行。悬浮率和湿筛试验符合标准要求为合格。

4.11 热储稳定性试验

按 GB/T 19136—2003 中 2.3 进行。热储后苯唑草酮质量分数应不低于储前的 95%，pH 值、悬浮率、湿筛试验和倾倒性仍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,30%苯唑草酮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%苯唑草酮悬浮剂的标志、标签和包装,应符合 GB 3796 的规定。

30%苯唑草酮悬浮剂采用塑料瓶包装,每瓶净重 50 g~100 g,外用纸箱包装。也可以根据用户要求和订货协议采用其它形式的包装,但要符合 GB 3796 中的有关规定。

6.2 储运

30%苯唑草酮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)

苯唑草酮的其他名称、结构式和基本物化参数

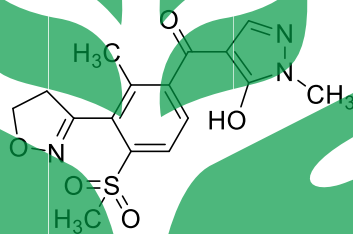
本产品有效成分苯唑草酮的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO 通用名称：Topramezone

CAS登录号：210631-68-8

CIPAC数字代码：800

化学名称：[3-(4,5-二氢-3-异噁唑基)-4-甲基磺酰-2-甲基苯]-5-羟基-1-甲基-1H-吡唑-4-基甲酮
结构式：



实验式： $C_{16}H_{17}N_3O_5S$

相对分子质量：363.4

生物活性：除草

熔点：220.9 °C ~ 222.2 °C

蒸气压 (25 °C)： $<1.1 \times 10^{-9}$ Mpa

溶解度 (g/L, 20 °C ~ 25 °C)：水 510.0 mg/L (pH 3.1)、 $>1 \times 10^5$ mg/L (pH > 9.0)，丙酮 0.7，乙腈 0.68，二氯甲烷 12，DMF 114 ~ 133，乙酸乙酯 0.38，正庚烷 < 0.001，异丙醇 0.02，甲醇 0.18，正辛醇 0.04，甲苯 < 10

稳定性：水溶液中稳定保存 5 d (pH 4、7 和 9, 50 °C) 和 30 d (pH 5、7 和 9, 25 °C)。在无菌水溶液中光照条件下保存 17 d (pH 5 和 9, 22 °C)