

团 体 标 准

T/CCPIA 085—2021

烟嘧磺隆·莠去津可分散油悬浮剂

Nicosulfuron and atrazine oil-based suspension concentrate

2021-04-30 发布

2021-04-30 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：江苏丰山集团股份有限公司、安徽久易农业开发有限公司、安徽华星化工有限公司、河北临港化工有限公司、贵州健安德科技有限公司。

本文件主要起草人：何智宇、彭叶凡、王晋阳、顾海亚、段良菊、熊金华、庆光平、余友成、曹小刚。



CCPIA

烟嘧磺隆·莠去津可分散油悬浮剂

1 范围

本文件规定了烟嘧磺隆·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。

本文件适用于由烟嘧磺隆·莠去津可分散油悬浮剂产品生产的质量控制，也可作为供需双方贸易、合格评定以及管理活动等的依据。

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—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 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 技术要求

4.1 外观

可流动、易测量体积的悬浮液体，久置后允许有少量分层，轻微摇动或搅动应恢复原状，不应有团块。

4.2 技术指标

烟嘧磺隆·莠去津可分散油悬浮剂还应符合表1的要求。

表1 烟嘧磺隆·莠去津可分散油悬浮剂控制项目指标

项 目		指 标	
		21%规格	24%规格
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值		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		符合表2要求	
低温稳定性 ^a		冷储后，湿筛试验和分散稳定性仍符合本文件要求。	
热储稳定性 ^a		热储后，烟嘧磺隆和莠去津质量分数不低于热储前测得质量分数的95%，pH值、分散稳定性、倾倒性、湿筛试验仍符合本文件要求。	
^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

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，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，均指分析纯试剂和蒸馏水。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中4.3.3进行。

5.2 取样

按 GB/T 1605—2001 中5.3.2方法进行。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

5.3.1 烟嘧磺隆鉴别的高效液相色谱法

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，其相对差值应在1.5%以内。

5.3.2 莠去津鉴别的高效液相色谱法

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，其相对差值应在1.5%以内。

5.4 外观的测定

采用目测法测定。

5.5 烟嘧磺隆和莠去津质量分数的测定

5.5.1 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和莠去津进行高效液相色谱分离，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 冰乙酸。

5.5.2.3 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

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

5.5.2.5 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：250 mm×4.6 mm (i. d.) 不锈钢柱，内装 C₁₈、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：体积比 Ψ （乙腈:冰乙酸溶液（pH=3））=40:60。

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：254 nm。

5.5.4.5 进样体积：5 μL。

5.5.4.6 保留时间：烟嘧磺隆约 5.0 min、莠去津约 12.0 min。

5.5.4.7 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·莠去津可分散油悬浮剂高效液相色谱图见图1。

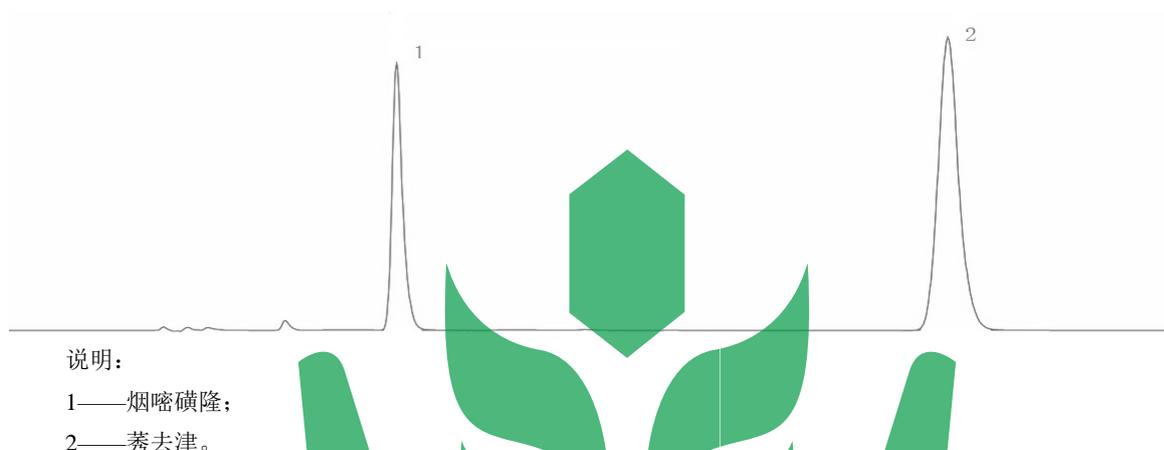


图1 烟嘧磺隆·莠去津中烟嘧磺隆和莠去津的高效液相色谱图

5.5.5 测定步骤

5.5.5.1 标样溶液的制备

称取0.1 g（精确至0.000 1 g）莠去津标样、0.02 g（精确至0.000 01 g）烟嘧磺隆标样，置于50 mL容量瓶中，用30 mL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。

5.5.5.2 试样溶液的制备

称取0.5 g（精确至0.000 1 g）试样，置于50 mL容量瓶中，用30 mL乙腈溶解，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和莠去津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。

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：

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

式中：

ω_1 ——试样中烟嘧磺隆（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（莠去津）峰面积的平均值；

m_1 ——标样的质量，单位为克（g）；

ω ——标样中烟嘧磺隆（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（莠去津）峰面积的平均值；

m_2 ——试样的质量，单位为克（g）。

5.5.7 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分别不大于0.2%和0.4%，取其算术平均值作为测定结果。

5.6 水分的测定

按 GB/T 1600—2001 中2.1进行。

5.7 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

5.8 倾倒性的测定

按 GB/T 31737 进行。

5.9 湿筛试验

按 GB/T 16150—1995 中2.2进行。

5.10 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 进行。

5.11 分散稳定性

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。

5.11.2 仪器和试剂

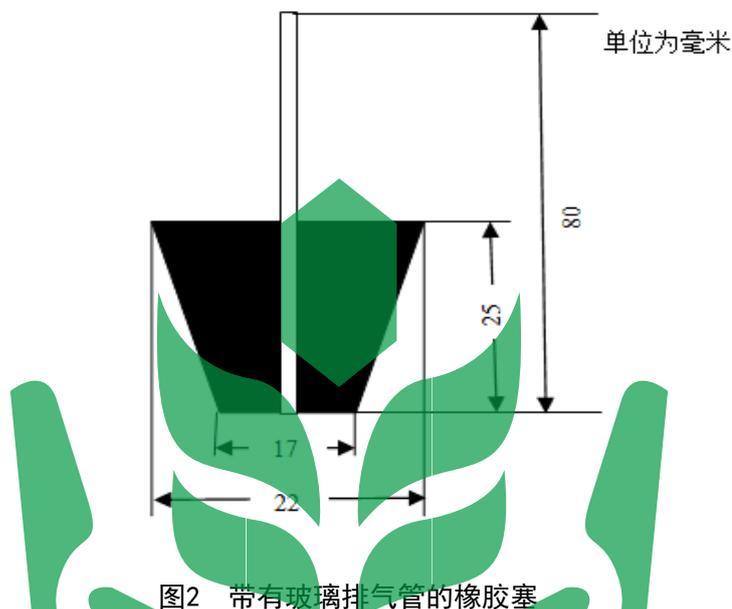
5.11.2.1 乳化管：锥形底硼硅玻璃离心管，长 15 cm，刻度至 100 mL，分度值 0.05 mL。

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 2）

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



5.11.3 操作步骤

在室温下（23 ℃±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。

5.11.3.1 最初分散性

观察分散液，记录沉淀、乳膏或浮油体积。

5.11.3.2 放置一定时间后分散性的测定

5.11.3.2.1 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（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）。

5.11.3.2.2 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。

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

测定乳膏或浮油的体积，按（3）计算：

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

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' —校正测量记录的沉淀体积和顶部乳膏或浮油的体积，单位为毫升（mL）。

5.11.3.3 重新分散性的测定

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，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。

5.11.3.4 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

5.12 低温稳定性试验

按 GB/T 19137—2003 中2.2进行。

5.13 热储稳定性试验

按 GB/T 19136—2003 中2.1进行。

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章技术指标中除热储稳定性和低温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

按第4章技术要求对产品进行出厂检验和型式检验，任一项目不符合指标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

在规定的储运条件下，烟嘧磺隆·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。

8 标志、标签、包装、储运

8.1 标志、标签和包装

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

烟嘧磺隆·莠去津可分散油悬浮剂采用聚酯瓶包装，每瓶净含量100 g (mL) 或200 g (mL)，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，但应符合 GB 3796 的有关规定。

8.2 储运

烟嘧磺隆·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)

烟嘧磺隆和莠去津的其它名称、结构式和基本物化参数

烟嘧磺隆和莠去津的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

(1) 烟嘧磺隆

ISO通用名称：Nicosulfuron

CAS登录号：111991-09-4

化学名称：2-[(4,6-二甲氧基嘧啶-2-基氨基甲酰基)氨基磺酰]-N,N-二甲基烟酰胺

结构式：



分子式：C₁₅H₁₈N₆O₆S

相对分子质量：410.4

生物活性：除草

熔点 (°C)：169~172

蒸气压 (25 °C)：8×10^{-7} mPa

闪点 (°C)：>200 (开口杯)

溶解度 (g/L, 20 °C~25 °C)：水中7.4 (pH 7)；丙酮14，乙腈18，苯1.5，二氯甲烷212，氯仿94，DMF61，乙醇3.6，乙酸乙酯3.4，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

稳定性：水解DT₅₀ 15 d (pH 5)，pH 7和pH 9条件下稳定

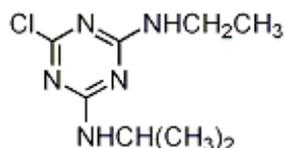
(2) 莠去津

ISO通用名称：Atrazine

CAS登录号：1912-24-9

化学名称：6-氯-N-乙基-N'-(1-甲基乙基)-1,3,5-三氮苯-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 (°C)：175.8

沸点 (°C)：205 (760 mmHg)

蒸气压 (25 °C)：0.0385 mPa

溶解度 (g/L, 20 °C~25 °C) : 水中33 mg/L (pH 7); 丙酮31, 二氯甲烷28, 乙醇15, 乙酸乙酯24, 正己烷0.11, 甲苯4.0, 正辛醇8.7

稳定性: 在中性、弱酸性和弱碱性介质中相对稳定, 在70 °C中性、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)

.....

