

团 体 标 准

T/CAPDA 055-2023

苯唑氟草酮·莠去津可分散油悬浮剂

Fenpyrazone + atrazine oil-based suspension concentrate

2023-07-17 发布

2023-07-17 实施

中国农药发展与应用协会 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专利的责任。

本文件由中国农药发展与应用协会提出并归口。

本文件起草单位：山东省农药检定所、山东清原农冠作物科学有限公司、沈阳沈化院测试技术有限公司。

本文件主要起草人：高传杰、张耀中、李向阳、马克娥、高艳、段元红、连磊、路兴涛、赵德、丁琦、陈爽、张兆真、牛永芳、王静。

苯唑氟草酮·莠去津可分散油悬浮剂

1 范围

本文件规定了苯唑氟草酮·莠去津可分散油悬浮剂的技术要求、检验规则、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运，描述了苯唑氟草酮·莠去津可分散油悬浮剂的试验方法。

本文件适用于苯唑氟草酮·莠去津可分散油悬浮剂产品的质量控制。

注：苯唑氟草酮、莠去津的其他名称、结构式和基本物化参数见附录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—1993 农药pH值的测定方法
GB/T 1604—1995 商品农药验收规则
GB/T 1605—2001 商品农药采样方法
GB 3796—2018 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 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、易测量体积的悬浮液体；存放过程中可能出现沉淀，但经手摇动，应恢复原状，不应有结块。

4.2 技术指标

苯唑氟草酮·莠去津可分散油悬浮剂应符合表 1 要求。

表 1 苯唑氟草酮·莠去津可分散油悬浮剂技术指标

项 目			指 标
苯唑氟草酮质量分数/%			3.0±0.3
苯唑氟草酮质量浓度 (20 ℃) ^a /（g/L）			30.0±3.0
莠去津质量分数/%			22.0±1.3
莠去津质量浓度 (20 ℃) ^a /（g/L）			220±13
水分/%			≤1.0
pH值			4.0~6.0
分散稳定性	最初分散性（0 min）		初始分散完全
	放置30 min分散性		沉淀物体积不大于1.0 mL，乳膏或浮油体积不大于1.0 mL。
	重新分散性	24 h	重新分散完全
		24.5 h	沉淀物体积不大于2.5 mL，乳膏或浮油体积不大于1.0 mL。
倾倒性	倾倒后残余物/%		≤5.0
	洗涤后残余物/%		≤0.5
持久起泡性（1 min后泡沫量）/mL			≤25
湿筛试验 (通过75 μm试验筛)/%			≥98
低温稳定性			冷储后，分散稳定性和湿筛试验应符合本文件要求。
热储稳定性			热储后，苯唑氟草酮质量分数、莠去津质量分数应不低于热储前测得质量分数的95%，pH值、分散稳定性、倾倒性和湿筛试验仍应符合本文件要求。
^a 当以质量分数和以质量浓度表示的结果不能同时满足本文件要求时，按质量分数的结果判定产品是否合格。			

5 试验方法

警告：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。

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 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

高效液相色谱法——本鉴别试验可与苯唑氟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，试样溶液中某色谱峰的保留时间与标样溶液中苯唑氟草酮和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 苯唑氟草酮质量分数和质量浓度、莠去津质量分数和质量浓度

5.5.1 方法提要

试样用乙腈溶解，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 254 nm 下对试样中的苯唑氟草酮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：色谱纯。

5.5.2.2 磷酸。

5.5.2.3 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.5.2.4 磷酸溶液：用磷酸将水的 pH 值调至 3。

5.5.2.5 苯唑氟草酮标样：已知苯唑氟草酮质量分数， $w \geq 98.0\%$ 。

5.5.2.6 莠去津标样：已知莠去津质量分数， $w \geq 98.0\%$ 。

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（内径）不锈钢柱，内装 C_{18} 、5 μm 填充物（或具同等效果的色谱柱）。

5.5.3.3 过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm 。

5.5.3.4 超声波清洗器。

5.5.4 液相色谱操作条件

5.5.4.1 流动相： $\phi_{\text{（乙腈：磷酸溶液）}} = 60:40$ 。

5.5.4.2 流速：1.0 mL/min。

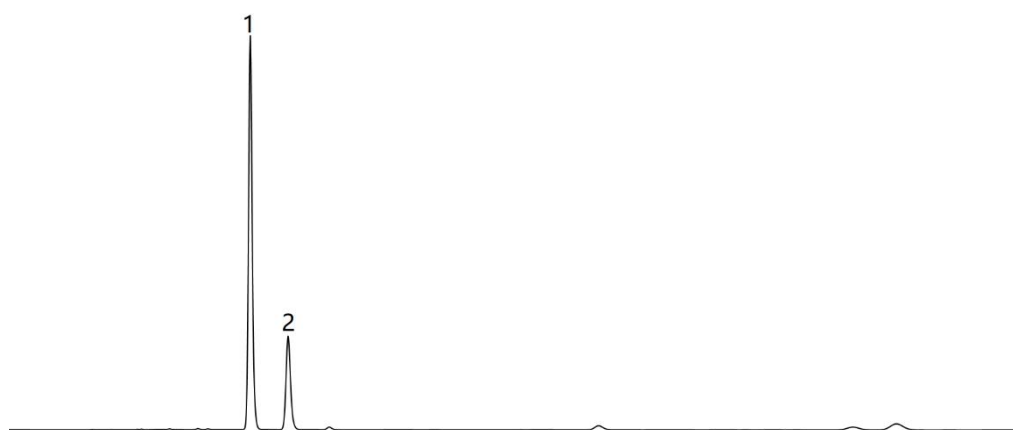
5.5.4.3 柱温：室温（温度变化应不大于 2 $^{\circ}\text{C}$ ）。

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：莠去津约 5.9 min，苯唑氟草酮约 6.9 min。

5.5.4.7 5.5.4.1~5.5.4.6 的操作参数是典型的，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。典型的苯唑氟草酮·莠去津可分散油悬浮剂液相色谱图见图 1。



标引序号说明:

1——莠去津;

2——苯唑氟草酮。

图1 苯唑氟草酮·莠去津可分散油悬浮剂的液相色谱图

5.5.5 测定步骤

5.5.5.1 标样溶液的制备

分别称取 0.01 g (精确至 0.000 01 g) 苯唑氟草酮标样和 0.07 g (精确至 0.000 01 g) 莠去津标样, 置于 50 mL 容量瓶中, 加入 40 mL 乙腈超声振荡 10 min 使之溶解, 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 0.3 g (精确至 0.000 1 g) 试样于 50 mL 容量瓶中, 加入 40 mL 乙腈超声振荡 10 min 使之溶解, 冷却至室温, 用乙腈稀释至刻度, 摇匀, 过滤。

5.5.5.3 测定

在 5.5.4 的操作条件下, 待仪器基线稳定后, 连续注入数针标样溶液, 直至相邻两针苯唑氟草酮(莠去津)的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苯唑氟草酮(莠去津)峰面积分别进行平均, 试样中苯唑氟草酮(莠去津)的质量分数按公式(1)计算, 试样中苯唑氟草酮(莠去津)的质量浓度按公式(2)计算:

$$w_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times w}{A_1 \times m_2} \dots\dots\dots (1)$$

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

式中:

w_1 ——试样中苯唑氟草酮(莠去津)的质量分数, %;

A_2 ——试样溶液中, 苯唑氟草酮(莠去津)峰面积的平均值;

m_1 ——苯唑氟草酮（莠去津）标样的质量的数值，单位为克(g)；
 w ——标样中苯唑氟草酮（莠去津）的质量分数，%；
 A_1 ——标样溶液中，苯唑氟草酮（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)；
 ρ_1 ——20℃时试样中苯唑氟草酮（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

两次平行测定结果之差，苯唑氟草酮应不大于 0.15%，莠去津应不大于 0.3%。分别取其算术平均值作为测定结果。

5.6 水分

按 GB/T 1600—2021 中 4.2 进行。

5.7 pH 值

按 GB/T 1601 进行。

5.8 分散稳定性

5.8.1 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。

5.8.2 试剂与仪器

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

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

5.8.2.3 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）。

5.8.2.4 刻度量筒：250 mL。

5.8.2.5 秒表。

5.8.2.6 可调节灯：配 60 W 珍珠泡。

单位为毫米

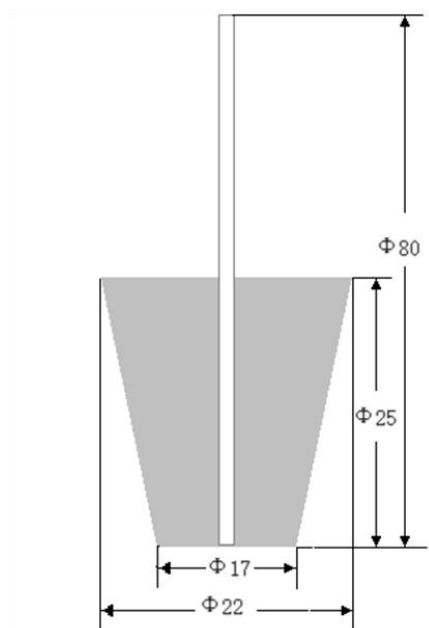


图2 带有玻璃排气管的橡胶塞

5.8.3 操作步骤

室温下，分别向两个250 mL刻度量筒中加入标准硬水至240 mL刻度线，用移液管向每个量筒中滴加试样5 g（或其它规定质量），滴加时移液管尖端尽量贴近水面，但不要在水面之下。最后用标准硬水稀释至刻度。盖上塞子，以量筒中部为轴心，将量筒在1 min内上下颠倒30次（将量筒倒置180°并恢复至原位为一次，约2 s），确保量筒中液体温和地流动，不发生反冲，用其中一个量筒做沉淀、乳膏或浮油试验，另一个量筒做重新分散试验。

5.8.3.1 最初分散性

观察分散液，无沉淀、乳膏或浮油，为初始分散完全。

5.8.3.2 放置 30 min 分散性

5.8.3.2.1 沉淀物体积

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($23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$)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，如果有沉淀物（通常反射光比透射光更易观察到沉淀），记录沉淀物体积（精确至0.05 mL）。

5.8.3.2.2 顶部乳膏或浮油体积

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。

乳化管总体积的校正因子按公式（3）计算，校正后乳膏或浮油的体积按公式（4）计算：

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

$$V_{2'} = F \times V_2 \dots\dots\dots (4)$$

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);

$V_{2'}$ ——校正后乳膏或浮油的体积, 单位为毫升 (mL);

V_2 ——测量的乳膏或浮油的体积, 单位为毫升 (mL)。

5.8.3.3 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5.8.3的操作颠倒量筒30次。观察分散液, 无沉淀、乳膏或浮油, 为重新分散完全, 然后按5.8.3.2.1的操作测定沉淀物体积, 按5.8.3.2.2的操作测定乳膏或浮油的体积。

5.9 倾倒性

按 GB/T 31737进行。

5.10 持久起泡性

按 GB/T 28137进行。

5.11 湿筛试验

按 GB/T 16150—1995 中 2.2 进行。

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—2021中4.4.1进行。热储时, 样品应密封储存, 热储前后质量变化率应不大于1.0%。

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章中外观、苯唑氟草酮质量分数、苯唑氟草酮质量浓度、莠去津质量分数、莠去津质量浓度、水分、pH值、分散稳定性、倾倒性、持久起泡性和湿筛试验。

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。

出厂检验和型式检验中，任一项目不符合第4章的技术要求，则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，苯唑氟草酮·莠去津可分散油悬浮剂的质量保证期从生产日期算起为3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、包装

苯唑氟草酮·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。

苯唑氟草酮·莠去津可分散油悬浮剂的包装应采用清洁、干燥的聚酯瓶，外用瓦楞纸箱包装，每箱净含量不超过 20 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 的规定。

8.2 储运

苯唑氟草酮·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，不应与食物、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)

苯唑氟草酮、莠去津的其他名称、结构式和基本物化参数

苯唑氟草酮、莠去津的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

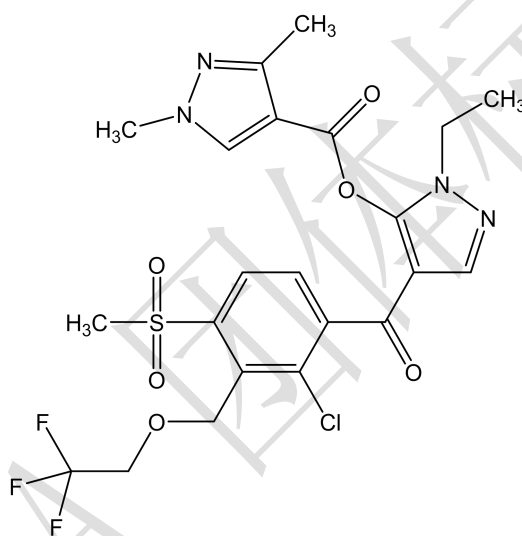
A.1 苯唑氟草酮

——ISO通用名称：Fenpyrazone；

——CAS登录号：1992017-55-6；

——化学名称：(4-(2-氯-4-(甲磺酰基)-3-((2,2,2-三氟乙氧基)甲基)苯甲酰基)-1-乙基-1*H*-吡唑-5-基)-1,3-二甲基-1*H*-吡唑-4-甲酸酯；

——结构式：



——分子式：C₂₂H₂₂ClF₃N₄O₆S；

——相对分子质量：562.95；

——熔点：144.5 °C~149.2 °C；

——生物活性：除草；

——蒸气压(25 °C)：0.03 mPa；

——溶解度(20 °C)：水中 3.2 mg/L；正庚烷和二甲苯中小于 10 g/L、1,2-二氯乙烷和丙酮中大于 250 g/L、甲醇中 10~14 g/L、乙酸乙酯中 80~100 g/L；

——稳定性：常温条件下酸性条件下稳定，中性和碱性条件下易发生水解。

A.2 莠去津

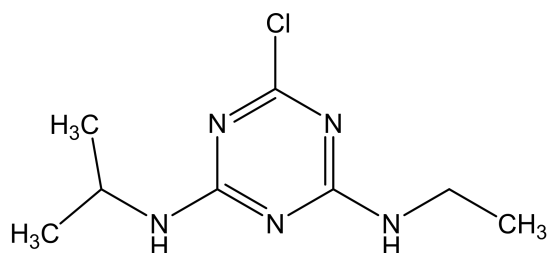
——ISO通用名称：Atrazine；

——CAS登录号：1912-24-9；

——CIPAC数字代码：91；

——化学名称：2-氯-4-乙胺基-6-异丙胺基-1,3,5-三嗪；

——结构式：



——分子式：C₈H₁₄ClN₅；

——相对分子质量：215.7；

——熔点：175.8 °C；

——生物活性：杀菌；

——蒸气压(25 °C)：0.0385 mPa；

——溶解度 (20~25°C)：水中 33.0 mg/L (pH 7)、丙酮中 31 g/L、二氯甲烷中 28 g/L、乙醇中15 g/L、乙酸乙酯 24 g/L、正己烷中 0.11 g/L、正辛醇中 8.7 g/L、甲苯中 4.0 g/L；

——稳定性：在弱酸、弱碱和中性介质中相对稳定。在强酸、强碱和70°C下中性介质中迅速水解为羟基衍生物，DT₅₀ 为9.5 d (pH 1) ， 86 d (pH 5) ， 5.0 d (pH 13) 。