

团 体 标 准

T/CCPIA 015-2019

450 g/L 二甲戊灵微囊悬浮剂

450 g/L Pendimethalin capsule suspension

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：江苏省南京高正农用化工有限公司、潍坊中农联合化工有限公司、广东浩德作物科技有限公司、贵州省分析测试研究院。

本标准主要起草人：何钰、王正强、王欣欣、赵宝修、成秒金、昝宏强、段亚玲、李占彬。

团体标准

450 g/L 二甲戊灵微囊悬浮剂

1 范围

本标准规定了450 g/L二甲戊灵微囊悬浮剂的要求、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二甲戊灵原药、高分子成囊材料和必要的助剂加工制成的450 g/L二甲戊灵微囊悬浮剂。

注：二甲戊灵其他名称、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 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 要求

3.1 外观

应为可流动、易测量体积的悬浮液体，存放过程中可能出现沉淀，但经摇动应恢复原状，不应有结块。

3.2 技术指标

450 g/L二甲戊灵微囊悬浮剂还应符合表1要求。

表1 450 g/L 二甲戊灵微囊悬浮剂控制项目指标

项 目		指 标
二甲戊灵质量分数 ^a /%		38.3 ^{+1.9} _{-1.9}
二甲戊灵质量浓度 (20 ℃) / (g/L)		450 ⁺²² ₋₂₂
游离二甲戊灵质量分数/%		≤ 3.0
pH范围		5.0~9.0
倾倒性	倾倒后残余物/%	≤ 5.0
	洗涤后残余物/%	≤ 0.5
悬浮率/%		≥ 90
湿筛试验 (通过75 μm试验筛) /%		≥ 98
持久起泡性 (1 min后的泡沫量) /mL		≤ 50
自发分散性/%		≥ 90
释放速率 ^b (20 min) /%		≥ 90
冻融稳定性 ^c		合格
热储稳定性 ^c		合格
^a 当质量发生争议时, 以质量分数为仲裁; ^b 释放速率仅适用于具有缓释或控释功能的微囊悬浮剂, 具体控制指标和测定方法应根据产品特性进行相应调整; ^c 正常生产时, 冻融稳定性试验、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5.3.2进行。用随机数表示确定抽样的包装件, 最终抽样量不少于1000 mL。

4.3 鉴别试验

液相色谱法——本鉴别试验可与二甲戊灵质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下, 试样溶液同一色谱峰的保留时间与标样溶液二甲戊灵色谱峰的保留时间, 其相对差值应在1.5%以内。

4.4 二甲戊灵质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样用甲醇溶解, 以甲醇+水为流动相, 使用以C₁₈为填料的不锈钢柱和紫外检测器, 在检测波长240 nm下, 对试样中的二甲戊灵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

甲醇：色谱纯。

水：新蒸二次蒸馏水。

二甲戊灵标样：已知二甲戊灵质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

4.4.3 仪器

高效液相色谱仪：具可变波长紫外检测器。

色谱柱：250 mm \times 4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内装 C_{18} 、5 μ m填充物（或具等效效果的色谱柱）。

色谱工作站。

微量进样器：50 μ L。

定量进样管：5 μ L。

超声波清洗器。

过滤器：滤膜孔径约0.45 μ m。

4.4.4 高效液相色谱操作条件

流动相： Ψ （甲醇：水）=85：15。

流速：1.0 mL/min。

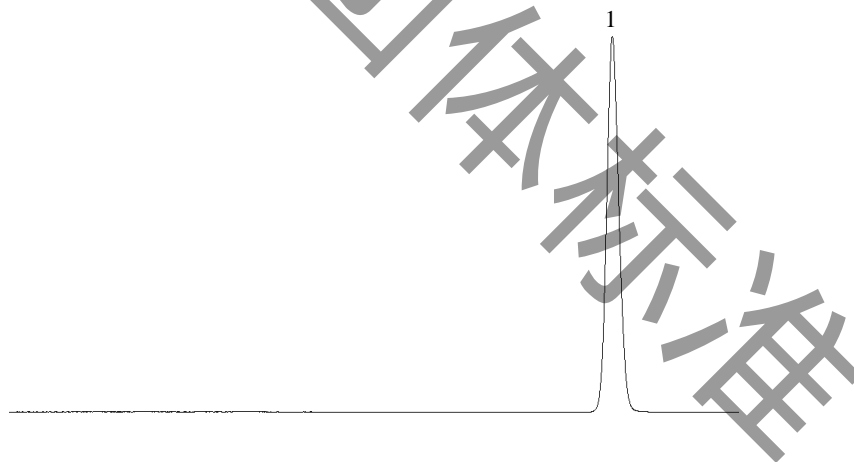
柱温：35 $^{\circ}$ C。

检测波长：240 nm。

进样体积：5 μ L。

保留时间：二甲戊灵约8.2 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450 g/L二甲戊灵微囊悬浮剂高效液相色谱图见图1。



说明：

1——二甲戊灵。

图1 450 g/L 二甲戊灵微囊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 2 g) 二甲戊灵标样于 50 mL 容量瓶中，加入流动相，超声波中振荡 10 min 使标样溶解，冷却至室温，用流动相稀释至刻度，摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的制备

4.4.5.2.1 总有效成分质量分数测定试样溶液的制备

称取含 0.05 g (精确至 0.000 2 g) 二甲戊灵的试样, 置于 50 mL 容量瓶中, 加入流动相, 超声波中振荡 10 min 使试样溶解, 冷却至室温, 用流动相稀释至刻度, 摇匀。

4.4.5.2.2 微囊内有效成分质量分数测定试样溶液的制备

称取含 0.05 g (精确至 0.000 2 g) 二甲戊灵的试样, 置于 50 mL 烧杯中, 用 10 mL 水稀释样品, 经玻璃纤维滤纸 (49 型, 孔径约 1.0 μm) 过滤, 再用 10 mL 水 (分两次) 洗涤烧杯和滤纸, 然后将滤纸及残囊置于 50 mL 容量瓶中加甲醇溶解, 在超声波中振荡 10 min, 冷却至室温, 用流动相稀释至刻度, 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, 直至相邻两针二甲戊灵峰面积相对变化小于 1.5% 时, 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二甲戊灵的峰面积分别进行平均, 试样中二甲戊灵质量分数 ω_1 (%) 按式 (1) 计算, 质量浓度 ω_2 (g/L) 按式 (2) 计算, 微囊内二甲戊灵质量分数 ω_3 (%) 按式 (3) 计算, 游离二甲戊灵质量分数 ω_4 (%) 式 (4) 计算:

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

$$\omega_2 = \omega_1 \times \rho \times 10 \dots\dots\dots (2)$$

$$\omega_3 = \frac{A_3 \times m_1 \times \omega}{A_1 \times m_3} \dots\dots\dots (3)$$

$$\omega_4 = \omega_1 - \omega_3 \dots\dots\dots (4)$$

式中:

A_1 ——标样溶液中二甲戊灵峰面积的平均值;

A_2 ——试样溶液中二甲戊灵峰面积的平均值;

A_3 ——试样溶液中 (微囊内) 二甲戊灵峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量的数值, 单位为克 (g);

m_2 ——测定总有效成分的试样的质量的数值, 单位为克 (g);

m_3 ——测定微囊内有效成分的试样的质量的数值, 单位为克 (g);

ω ——标样中二甲戊灵的质量分数, 以%表示;

ρ ——20 °C 时试样的密度, 单位为克每毫升 (g/mL) (按 GB/T 32776—2016 中 3.4 进行)。

4.4.6 允许差

二甲戊灵质量分数两次平行测定结果之差应不大于 0.5%, 取其算数平均值作为测定结果。

4.5 pH值的测定

按 GB/T 1601进行。

4.6 倾倒性的测定

按 GB/T 31737进行。

4.7 悬浮率的测定

称取1.0 g（精确至0.000 2 g）试样，按GB/T 14825—2006中4.2进行。将量筒底部25 mL悬浮液全部转移至100 mL容量瓶中，加入10 mL甲醇，用40 mL甲醇分3次洗涤量筒底部，洗涤液并入容量瓶，超声振荡10 min使样品溶解，冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀，过滤。按4.4测定二甲戊灵的质量并计算悬浮率。

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中的方法进行。

4.10 自发分散性的测定

4.10.1 方法提要

用标准硬水将待测试样配制适当浓度的悬浮液。在规定条件下，于量筒中静置一定时间，测定底部1/10悬浮液中有效成分质量，计算其自发分散性。

4.10.2 试剂

标准硬水： $\rho(\text{Ca}^{2+}+\text{Mg}^{2+})=342\text{ mg/L}$ ， $\text{pH}=6.0\sim 7.0$ ，按GB/T 14825—2006配制。

4.10.3 仪器

量筒：250 mL，带磨口玻璃塞，0 mL~250 mL刻度间距为20.0 cm~21.5 cm，250 mL刻度线与塞子底部之间距离应为4 cm~6 cm。

玻璃吸管：长约40 cm，内径约为5 mm，一端尖处有约2 mm~3 mm的孔，管的另一端连接在相应的抽气源上。

恒温水浴： $30\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，水浴液面应没过量筒颈部。

4.10.4 测定步骤

在250 mL量筒中加入237.5 mL（ $30\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ）的标准硬水，然后放于天平上，加入12.5 mL样品，记录加入样品质量，盖上塞子，以量筒底部为轴心，将量筒上下颠倒1次。打开塞子，再垂直放入无振动的恒温水浴中，避免阳光直射，放置5 min。用吸管在10 s~15 s内将内容物的9/10（即225 mL）悬浮液移出，不要摇动或挑起量筒内的沉降物，确保吸管的顶端总是在液面下几毫米处。按4.4测定留在量筒底部25 mL悬浮液中的有效成分质量。

4.10.5 计算

试样的自发分散性按式（5）计算：

$$\omega_6 = \frac{m_6 - m_7}{m_6} \times \frac{10}{9} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中：

ω_6 ——自发分散性，以%表示；

m_6 ——配制悬浮液所取试样中二甲戊灵的质量，单位为（g）；

m_7 ——留在量筒底部25 mL悬浮液中二甲戊灵的质量，单位为（g）；

$\frac{10}{9}$ ——换算系数。

4.11 释放速率的测定

4.11.1 方法提要

称取一定试样置于100 mL容量瓶中，用特定溶液定容，摇匀后在规定条件下用磁力搅拌机不停地搅动，20 min后测定溶液中二甲戊灵质量，计算其释放速率。

4.11.2 特定溶液

Ψ （甲醇：水）=80：20。

4.11.3 仪器

容量瓶：100 mL。

磁力搅拌机：1000 r/min。

转子：15 mm×5 mm（中部直径）。

恒温箱：温度控制在30℃±1℃。

4.11.4 测定

称取二甲戊灵试样0.1 g（精确至0.000 2 g），放入100 mL容量瓶中，用特定溶液定容，加入转子。控制温度为30℃±1℃，用磁力搅拌机在1000 r/min下不停地搅拌，20 min后用0.45 μm过滤膜过滤，滤液待测。

4.11.5 计算

试样在特定溶液中20 min时释放量 ω_7 ，按式（6）计算：

$$\omega_7 = \frac{m_8}{m_9} \times 100 \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中：

ω_7 ——二甲戊灵在特定溶液中的释放量（20 min），以%表示；

m_8 ——溶液中的二甲戊灵的质量，单位为（g）；

m_9 ——所称取试样中二甲戊灵的质量，单位为（g）。

4.12 冻融稳定性试验

取一定量的试样密封,在 $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 和 $-10\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 之间做四个循环,每个循环结冻18 h,融化6 h,恢复至室温,观察外观,游离二甲戊灵质量分数、pH值、倾倒性、悬浮率、湿筛试验和自发分散性仍符合标准要求为合格。

4.13 热储稳定性试验

按GB/T 19136—2003中2.1进行。热储后,二甲戊灵质量分数不低于储前的95%、游离二甲戊灵质量分数、pH值、倾倒性、悬浮率、湿筛试验、自发分散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有关规定。

5.2 质量保证期

在规定的储运条件下,450 g/L二甲戊灵微囊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、包装和储运

6.1 标志、标签和包装

450 g/L二甲戊灵微囊悬浮剂的标志、标签和包装应符合GB 3796的规定。

450 g/L二甲戊灵微囊悬浮剂应用聚酯瓶包装,每瓶净含量为100 g、400 g、450 g等,外包装用钙塑箱或瓦楞纸箱,每箱净含量不超过10 kg。也可根据用户要求或定货协议,采用其他形式的包装,但应符合GB 3796的规定。

6.2 储运

450 g/L二甲戊灵微囊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)

二甲戊灵的其他名称、结构式和基本物化参数

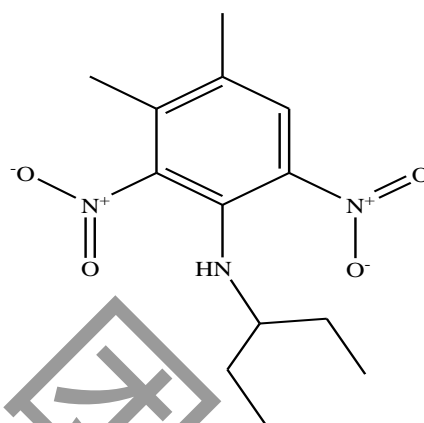
A.1 本产品有效成分二甲戊灵的其他名称、结构式和基本物化参数

ISO通用名称: Pendimethalin

CAS登记号: 40487-42-1

化学名称: N-(1-乙基丙基)-2,6-二硝基-3,4-二甲基苯胺

结构式:

实验式: C₁₃H₁₉N₃O₄

相对分子量: 281.31

生物活性: 除草剂

熔点: 54 °C ~ 58 °C

密度 (25 °C): 1.19 g/cm³

蒸气压 (20 °C): 4.0 mPa

溶解度: 水 0.3 mg/L (pH 7, 20 °C), 丙酮、二甲苯、二氯甲烷 > 800, 正己烷 48.98 (g/L, 20 °C), 易溶于苯、甲苯、三氯甲烷中, 微溶于汽油和石油醚中;

稳定性: 5 °C ~ 130 °C 储存稳定, 对酸碱稳定, 光下缓慢分解, 水中DT₅₀ < 21天。