

团 体 标 准

T/CCPIA 011-2019

20%苄嘧磺隆·乙草胺可湿性粉剂

20% Bensulfuron-methyl and acetochlor wettable powders

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：江苏省激素研究所股份有限公司、吉林省八达农药有限公司、安徽丰乐农化有限责任公司、浙江省农业科学院。

本标准主要起草人：俞瑞鲜、俞建忠、田冬平、奚超、吴景龙、郑健。



CCPIA

20% 苯噁磺隆·乙草胺可湿性粉剂

1 范围

本标准规定了20% 苯噁磺隆·乙草胺可湿性粉剂的要求、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 苯噁磺隆和乙草胺原药与适宜的助剂和填料加工而成的20% 苯噁磺隆·乙草胺可湿性粉剂。

注： 苯噁磺隆、乙草胺和伯酰胺的其他名称、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 5451 农药可湿性粉剂润湿性测定方法

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

3 要求

3.1 外观

应是均匀的疏松粉末，不应有团块。

3.2 技术指标

20% 苯噁磺隆·乙草胺可湿性粉剂应符合表1要求。

表1 20% 苯嘧磺隆·乙草胺可湿性粉剂控制项目指标

项 目	指 标
苯嘧磺隆质量分数/%	4.5 ^{+0.4} _{-0.4}
乙草胺质量分数/%	15.5 ^{+0.9} _{-0.9}
2-氯-2'-甲基-6'-乙基替苯胺(简称伯酰胺)质量分数 ^a /%	≤ 0.3
水分/%	≤ 3.0
pH范围	7.0~10.0
苯嘧磺隆悬浮率/%	≥ 70
乙草胺悬浮率/%	≥ 70
湿润时间/s	≤ 120
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
热储稳定性 ^a	合格

^a 正常生产时, 伯酰胺质量分数、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中的4.3.3进行。

4.2 抽样

按GB/T 1605—2001中5.3.3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300 g。

4.3 鉴别试验

高效液相色谱法——本鉴别试验可与苯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, 试样溶液中某色谱峰的保留时间与标样溶液中苯嘧磺隆色谱峰的保留时间, 其相对差值应在1.5%以内。

气相色谱法——本鉴别试验可与乙草胺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乙草胺色谱峰的保留时间, 其相对差值应在1.5%以内。

4.4 苯嘧磺隆和乙草胺质量分数的测定

4.4.1 苯嘧磺隆质量分数的测定

4.4.1.1 方法提要

试样用氨水甲醇溶液溶解,以乙腈+水+乙酸为流动相,使用ODS-C₁₈不锈钢柱和紫外检测器,在波长235 nm下对试样中的苯嘧磺隆进行反相高效液相色谱分离,外标法定量。

4.4.1.2 试剂和溶液

乙腈: 色谱纯。

甲醇: 色谱纯。

冰乙酸。

水: 超纯水。

氨水: $w(NH_3) = 26\% \sim 30\%$ 。

氨水溶液: $\varphi(\text{氨水:水}) = 1:300$ 。

氨水甲醇溶液: $\varphi(\text{氨水溶液:甲醇}) = 1:4$ 。

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

4.4.1.3 仪器

高效液相色谱仪: 具有可变波长紫外可见检测器。

色谱柱: 150 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱, 内装ODS-C₁₈、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: 50 μL。

定量进样管: 10 μL。

超声波清洗器。

4.4.1.4 色谱操作条件

流动相: $\varphi(\text{乙腈:水:乙酸}) = 50:50:0.16$ 。

流速: 1.0 mL/min。

柱温: 室温(温差变化应不大于2 °C)。

检测波长: 235 nm。

进样体积: 10 μL。

保留时间: 苯嘧磺隆约7.0 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20%苯嘧磺隆乙草胺可湿性粉剂中苯嘧磺隆高效液相色谱图见图1。



CCPIA



4.4.1.5 测定步骤

4.4.1.5.1 标样溶液的制备

称取0.05 g (精确至0.000 1 g) 苯噁礦隆标样于100 mL容量瓶中, 用氨水甲醇溶液稀释至刻度, 超声波振荡5 min使标样溶解, 冷却至室温, 摆匀。

4.4.1.5.2 试样溶液的制备

称取含0.05 g (精确称至0.000 1 g) 苄噁磺隆的试样于100 mL容量瓶中, 用氨水甲醇溶液稀释到刻度, 超声波振荡5 min使试样溶解, 冷却至室温, 摆匀, 过滤。

4.4.1.5.3 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,直至相邻两针苯噁磺隆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。

4.4.1.5.4 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苯噻磺隆峰面积分别进行平均。试样中苯噻磺隆的质量分数按式(1)计算:

式中：

ω_1 —试样中苯噻磺隆的质量分数, 以%表示;

A_1 ——标样溶液中苄嘧磺隆峰面积的平均值；
 A_2 ——试样溶液中苄嘧磺隆峰面积的平均值；
 m_1 ——标样的质量的数值，单位为克(g)；
 m_2 ——试样的质量的数值，单位为克(g)；
 ω ——标样中苄嘧磺隆的质量分数，以%表示。

4.4.1.6 允许差

苄嘧磺隆质量分数两次平行测定结果之差，应不大于0.2%，取其算术平均值作为测定结果。

4.4.2 乙草胺、伯酰胺质量分数的测定

4.4.2.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解，以邻苯二甲酸二丁酯为内标物，使用毛细管柱和FID检测器，对试样中的伯酰胺、乙草胺进行气相色谱分离，内标法定量。

4.4.2.2 试剂和溶液

三氯甲烷。

伯酰胺标样：已知伯酰胺质量分数， $\omega \geq 98\%$ 。

乙草胺标样：已知乙草胺质量分数， $\omega \geq 98\%$ 。

内标物：邻苯二甲酸二丁酯。

内标溶液：称取2.5 g邻苯二甲酸二丁酯于1000 mL容量瓶中，用三氯甲烷定容至刻度，摇匀，备用。

4.4.2.3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器。

色谱柱：DB-5 30 m×0.32 mm (i.d.) 毛细管柱，膜厚 0.25 μm (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：1 μL 。

超声波清洗器。

4.4.2.4 色谱操作条件

温度：柱温 190°C，气化室 230°C，检测室 230°C。

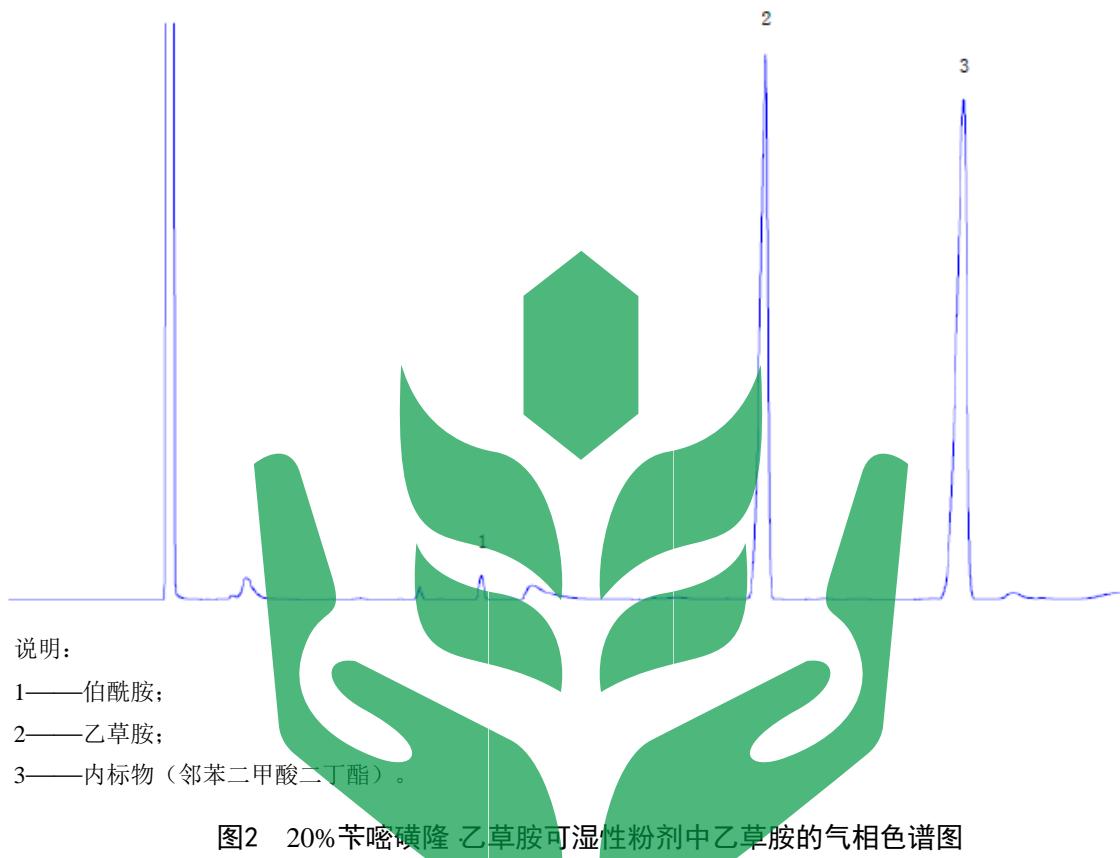
气体流量：载气 (N₂) 1.5 mL/min。

分流比：20：1。

进样体积：1.0 μL 。

保留时间：伯酰胺4.3 min，乙草胺约6.8 min，内标物约8.5 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20%苄嘧磺隆-乙草胺可湿性粉剂中乙草胺、伯酰胺与内标物的气相色谱图见图2。



4.4.2.5 测定步骤

4.4.2.5.1 标样溶液的制备

称取0.05 g (精确至0.000 1 g) 乙草胺标样、0.001 g (精确至0.000 01 g) 伯酰胺标样于25 mL容量瓶中, 用移液管加入20 mL邻苯二甲酸二丁酯内标液, 超声振荡5 min, 冷至室温, 摆匀。

4.4.2.5.2 试样溶液的制备

称取含0.05 g（精确至0.000 1 g）乙草胺的试样于25 mL容量瓶中，使用4.4.2.5.1同一只移液管加入20 mL邻苯二甲酸二丁酯内标液，超声振荡5 min，冷至室温，摇匀，过滤。

4.4.2.5.3 测定

在上述色谱操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针乙草胺（伯酰胺）与内标物的峰面积比的相对变化小于 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。

4.4.2.6 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乙草胺(伯酰胺)与内标物的峰面积比分别进行平均。试样中乙草胺(伯酰胺)的质量分数按式(2)计算:

式中：

r_1 ——标样溶液中乙草胺(伯酰胺)峰面积与内标峰面积比的平均值;
 r_2 ——试样溶液中乙草胺(伯酰胺)峰面积与内标峰面积比的平均值;
 m_3 ——乙草胺(伯酰胺)标样的质量的数值,单位为克(g);
 m_4 ——试样的质量的数值,单位为克(g);
 ω ——标样中乙草胺(伯酰胺)的质量分数,以%表示;
 ω_2 ——试样中乙草胺(伯酰胺)的质量分数,以%表示。

4.4.2.7 允许差

伯酰胺质量分数两次平行测定结果相对偏差,应不大于30%;乙草胺质量分数两次平行测定结果之差应不大于0.3%,取其算术平均值作为测定结果。

4.5 水分的测定

按 GB/T 1600—2001 中 2.2 进行。

4.6 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.7 悬浮率的测定

4.7.1 苯嘧磺隆悬浮率

按 GB/T 14825—2006 中 4.2 进行。称取含 0.5 g(精确至 0.000 1 g) 苯嘧磺隆的试样,用氨水甲醇溶液将剩余的 1/10 悬浮液及沉淀物全部转移至 50 mL 容量瓶中,用氨水甲醇溶液至刻度,在超声波下振荡 5 min,恢复至室温,摇匀,过滤,按 4.4.1 测定苯嘧磺隆质量,计算其悬浮率。

4.7.2 乙草胺悬浮率

按 GB/T 14825—2006 中 4.2 进行。称取含 0.5 g(精确至 0.000 1 g) 乙草胺的试样,在剩余的 1/10 悬浮液中准确加入 20 mL 邻苯二甲酸二丁酯内标液,充分震荡萃取,转移至分液漏斗,分液后,取下层清液进行过滤,按 4.4.2 测定乙草胺质量,计算其悬浮率。

4.8 湿润时间的测定

按 GB/T 5451 进行。

4.9 湿筛试验

按 GB/T 16150—1995 中 2.2 进行。

4.10 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 进行。

4.11 热储稳定性试验

按 GB/T 19136—2003 中 2.2 进行。热储后,苯嘧磺隆和乙草胺质量分数应不低于储前的 95%,伯酰胺质量分数、pH 值、悬浮率、湿筛试验、湿润时间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，20% 苯嘧磺隆·乙草胺可湿性粉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

20% 苯嘧磺隆·乙草胺可湿性粉剂的标志、标签和包装，符合 GB 3796 的规定。

20% 苯嘧磺隆·乙草胺可湿性粉剂应用编织袋内衬清洁的塑料袋或纸板桶内衬清洁的塑料袋包装，每箱净含量一般不超过 20 kg。也可根据用户要求或订货协议采用其他形式的包装，但需符合 GB 3796 中的有关规定。

6.2 储运

20% 苯嘧磺隆·乙草胺可湿性粉剂储运时，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。包装件储存在通风、干燥（低温）的仓库中，堆放方式应符合安全、搬运方便的原则。

The logo consists of the letters "CCPIA" in a bold, green, sans-serif font. The letters are arranged in a staggered, overlapping manner, with "C" at the top left, "C" below and to the right of the first, "P" to the right of the second, "I" below and to the right of the third, and "A" to the right of the fourth.

附录 A
(资料性附录)

苄嘧磺隆、乙草胺、伯酰胺的其它名称、结构式和基本物化参数

A. 1 本产品有效成分苄嘧磺隆的其它名称、结构式和基本物化参数

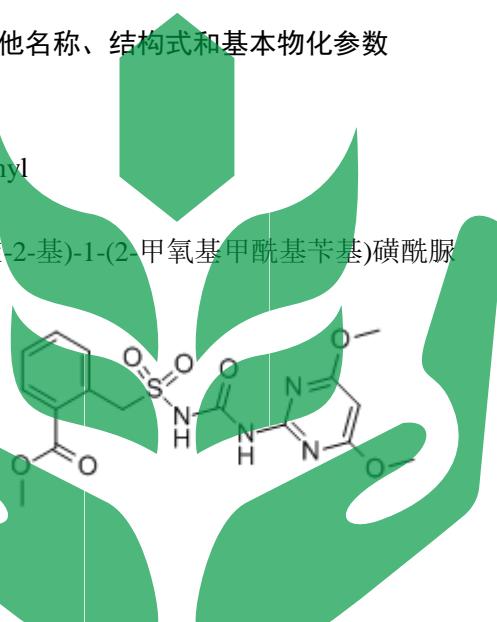
中文通用名：苄嘧磺隆

ISO通用名称：Bensulfuron-methyl

CAS登记号：83055-99-6

化学名称：3-(4,6-二甲氧基嘧啶-2-基)-1-(2-甲氧基甲酰基苄基)磺酰脲

结构式：



实验式：C₁₆H₁₈N₄O₇S

相对分子质量：410.4

生物活性：除草

熔点：(185~188) °C

蒸汽压 (25 °C)：2.8 mPa

溶解度 (20 °C, g/L)：丙酮1.38、乙腈中5.38、三氯甲烷中11.7、乙酸乙酯1.66、己烷0.31、二甲苯0.28、水中2.9 mg/L (25 °C)、120 mg/L (25 °C, pH 7)

稳定性：在微碱性 (pH 8) 水溶液中稳定，在微酸性水溶液中缓慢分解，DT₅₀ 11d (pH 5)、143 d (pH 7)。

A. 2 本产品有效成分乙草胺的其它名称、结构式和基本物化参数

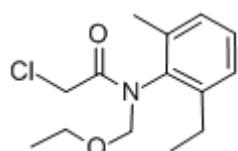
中文通用名：乙草胺

ISO通用名称：Acetochlor

CAS登记号：34256-82-1

化学名称：2'-乙基-6'-甲基-N-(乙氧甲基)-2-氯代乙酰替苯胺

结构式：



实验式：C₁₄H₂₀ClNO₂

相对分子质量：269.8

生物活性：除草

熔点：<0°C

沸点：162℃/0.93 kPa

蒸汽压（25℃）：4.5×10³ mPa

密度（30℃）：1.110 g/cm³

溶解度（25℃）：水中223 mg/L；溶于乙醚、丙酮、苯、三氯甲烷、乙醇、乙酸乙酯、甲苯

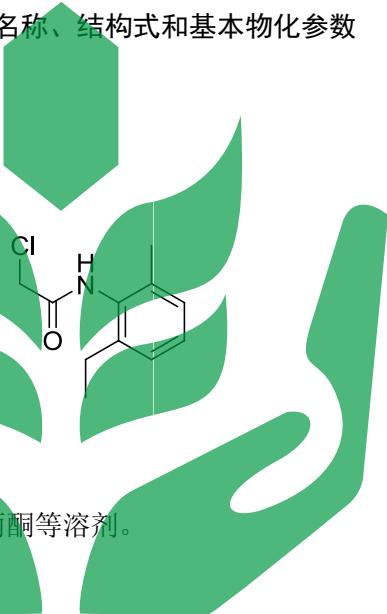
稳定性：在20℃条件下，可储存2年以上。

A.3 本产品有效成分相关杂质伯酰胺的其他名称、结构式和基本物化参数

CAS登记号：32428-71-0

化学名称：2-氯-2'-甲基-6'-乙基替苯胺

结构式：



实验式：C₁₁H₁₄ClNO

相对分子质量：211.7

溶解度：常温不溶于水，稍溶于乙醇、丙酮等溶剂。

CCPIA