



中华人民共和国国家标准

GB 22608—2008

莠去津悬浮剂

Atrazine suspension concentrates

2008-12-17 发布

2009-06-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准的第3章、第5章是强制性的,其余是推荐性的。

本标准的附录A是资料性附录。

本标准自实施之日起,原行业标准HG 2204—1991《莠去津悬浮剂》作废。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会(SAC/TC 133)归口。

本标准负责起草单位:沈阳化工研究院。

本标准参加起草单位:中油吉林石化农药公司、山东潍坊润丰化工有限公司、青岛凯源祥化工有限公司。

本标准主要起草人:王玉范、张雪冰、刘宜纯、刘元强、李学臣、唐丽莉、王世燕。

莠去津悬浮剂

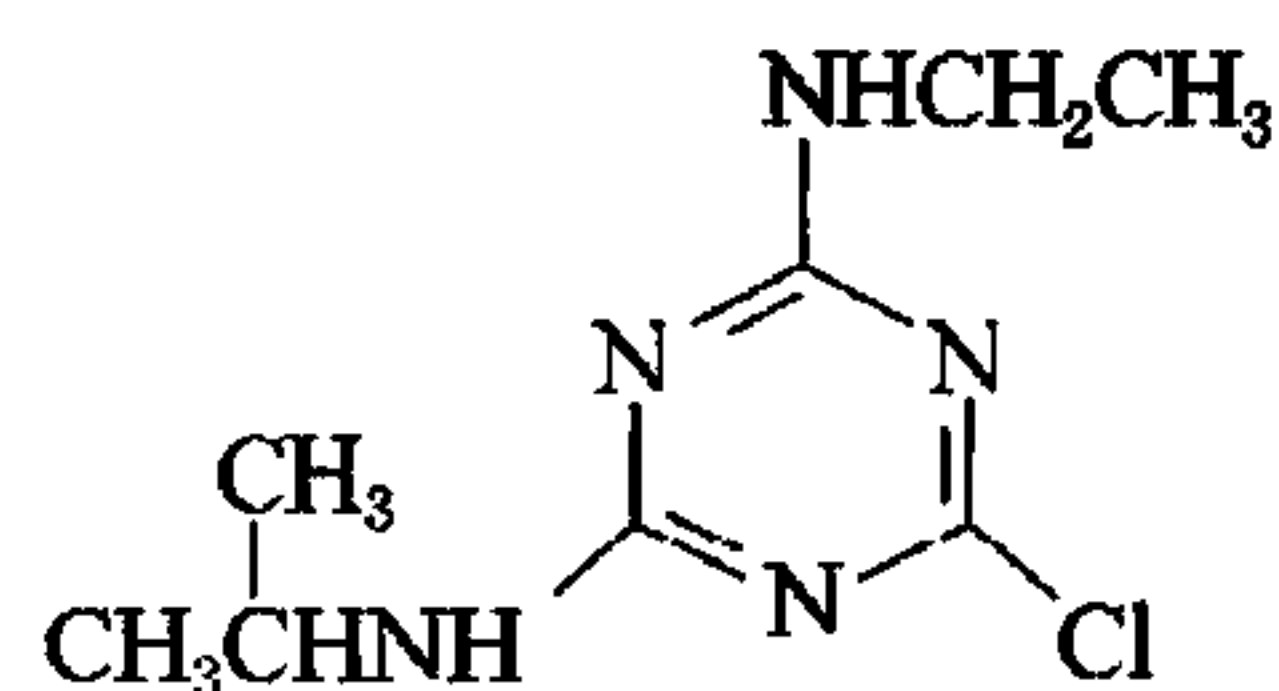
该产品有效成分 莠去津的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO 通用名称：Atrazine

CIPAC 数字代码：91

化学名称：2-氯-4-乙氨基-6-异丙氨基-1,3,5-三嗪

结构式：



实验式：C₈H₁₄ClN₅

相对分子质量：215.7(按 2007 年国际相对原子质量计)

生物活性：除草

熔点：175 ℃~177 ℃

蒸气压(20 ℃)：0.04 mPa

溶解度(25 ℃)：水中 30 mg/L, 三氯甲烷 52 g/kg、乙醚 12 g/kg、乙酸乙酯 28 g/kg、甲醇 18 g/kg、辛醇 10 g/kg

稳定性：在 70 ℃下，中性介质中缓慢地水解为无除草活性的 6-羟基衍生物，在酸性或碱性介质中水解速度较快。土壤中 DT₅₀ 60 d~150 d

1 范围

本标准规定了莠去津悬浮剂的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由莠去津原药、助剂及载体加工而成的莠去津悬浮剂。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

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 4472 化工产品密度、相对密度测定通则

GB/T 14825 农药可湿性粉剂悬浮率测定方法

GB/T 16150 农药粉剂、可湿性粉剂细度测定方法

GB/T 19136 农药热贮稳定性测定方法

GB/T 19137 农药低温稳定性测定方法

3 要求

3.1 组成和外观：本品应由符合标准的莠去津原药、助剂及填料加工而成，外观应是可流动、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。

3.2 莠去津悬浮剂应符合表 1 要求。

表 1 莠去津悬浮剂控制项目指标

项 目			指 标		
			38%	500 g/L	50%
莠去津质量分数/% 或质量浓度 ^a (20 ℃)/(g/L)			38.0 $\pm$ _{2.0} —	45.0 $\pm$ _{2.0} 500 $\pm$ ₂₀	50.0 $\pm$ _{2.0} —
悬浮率/% ≥			90		
pH 值范围			6.0~10.0		
湿筛试验(通过 45 μm 试验筛)/% ≥			98		
持久泡沫量(1 min 后)/mL ≤			40		
倾倒性 ^b	倾倒后残余物的质量分数/% ≤		5.0		
	洗涤后残余物的质量分数/% ≤		0.5		
低温稳定性 ^b			合格		
热贮稳定性 ^b			合格		
^a 当质量发生争议时以莠去津质量分数为仲裁。					
^b 倾倒性、低温稳定性、热贮稳定性试验在正常生产情况下,每 3 个月至少检验一次。					

4 试验方法

4.1 抽样

按照 GB/T 1605—2001 中“液体制剂的采样方法”进行。用随机数表法确定抽样的包装件，最终抽样量不少于 200 mL。

4.2 鉴别试验

气相色谱法—本鉴别试验可与莠去津质量分数的测定同时进行。在相同的气相色谱操作条件下，试样溶液某一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。

4.3 莠去津质量分数(质量浓度)的测定

4.3.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解，以三唑酮为内标物，使用内壁键合聚乙二醇 20 M 的毛细管色谱柱和氢火焰离子化检测器，对试样中的莠去津进行气相色谱分离和测定。也可使用填充柱气相色谱法，色谱条件参见附录 A。

4.3.2 试剂和溶液

- 三氯甲烷；
- 三唑酮： $w \geq 95\%$ ，应不含有干扰分析的杂质；
- 莠去津标样：已知莠去津质量分数 $w \geq 99.0\%$ ；
- 内标溶液：称取 6.8 g 三唑酮，置于 1 000 mL 容量瓶中，用三氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀。

4.3.3 仪器

- 气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器；
- 色谱数据处理机或色谱工作站；
- 色谱柱：30 m×0.32 mm(i. d.) 双联毛细柱，内壁键合聚乙二醇 20 M，膜厚 0.25 μm；

微量进样器:10 μL 。

4.3.4 气相色谱操作条件

温度($^{\circ}\text{C}$)柱温:195、气化室:230、检测室:230;

气体流速(ml/min):载气(高纯氮) 2.0、氢气 30、空气 300;

进样体积(μL):1.0;

保留时间(min):莠去津 约 4.2, 内标物(三唑酮)约 6.0。

上述气相色谱操作条件,系典型操作参数。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。典型的莠去津悬浮剂与内标物的气相色谱图见图 1。

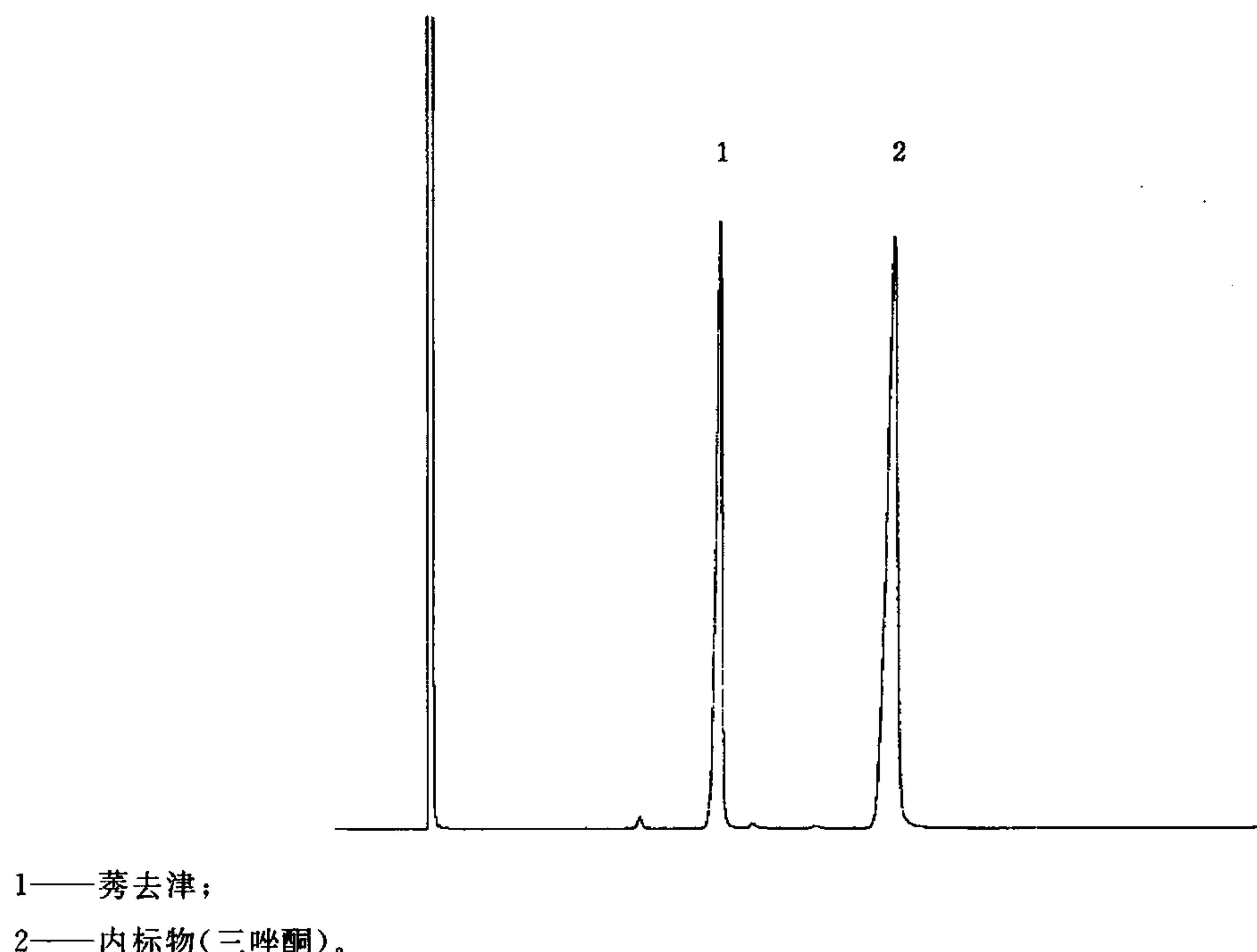


图 1 莠去津悬浮剂与内标物的气相色谱图

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液的配制

称取莠去津标样 0.1 g(精确至 0.000 2 g),置于 15 mL 具塞玻璃瓶中,用移液管移入 10 mL 内标溶液,摇匀。

4.3.5.2 试样溶液的配制

称取约含莠去津 0.1 g 的试样(精确至 0.000 2 g),置于 15 mL 具塞玻璃瓶中,然后将玻璃瓶置于烘箱中烘干,恢复室温再用 4.3.5.1 中使用的同一支移液管移入 10 mL 内标溶液,摇匀。离心,取上清液进样,必要时过滤。

4.3.5.3 测定

在上述操作条件下,待仪器基线稳定后,连续注入数针标样溶液,计算各针莠去津与内标物峰面积之比的重复性,待相邻两针莠去津与内标物峰面积的比的相对变化小于 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。

4.3.5.4 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莠去津与内标物的峰面积比分别进行平均。试样中莠去津的质量分数 w_1 (%)按式(1)计算,质量浓度 ρ_1 [g/L(20 $^{\circ}\text{C}$)]按式(2)计算:

$$w_1 = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot w}{r_1 \cdot m_2} \dots\dots\dots (1)$$

$$\rho_1 = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot w \cdot \rho}{r_1 \cdot m_2} \times 10 \dots\dots\dots (2)$$

式中：
 r_1 ——标样溶液中，莠去津与内标物峰面积比的平均值；
 r_2 ——试样溶液中，莠去津与内标物峰面积比的平均值；
 m_1 ——标样的质量，单位为克(g)；
 m_2 ——试样的质量，单位为克(g)；
 w ——莠去津标样的质量分数，以%表示；
 ρ ——20℃时试样的密度，单位为克每毫升(g/mL)(按 GB/T 4472 进行测定)。

4.3.6 允许差

两次平行测定结果之差应不大于 1.0%，取其算术平均值作为测定结果。

4.4 悬浮率的测定

称取 1 g 试样(精确至 0.000 2 g)。按 GB/T 14825 进行。将剩余 25 mL 悬浮液和沉淀物在水浴中蒸干，恢复至室温，按 4.3 测定莠去津质量分数，计算其悬浮率。

4.5 pH 值的测定

按 GB/ T 1601 进行。

4.6 湿筛试验

按 GB/T 16150 中的“湿筛法”进行。

4.7 持久泡沫量的测定

4.7.1 方法提要

将规定量的试样与标准硬水混合，静置后记录泡沫体积。

4.7.2 试剂和溶液

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 配制。

4.7.3 仪器和器具

具塞量筒：250 mL(分度值 2 mL，0~250 mL 刻度线 20 cm~21.5 cm，250 mL 刻度线到塞子底部 4 cm~6 cm)；

工业天平：感量 0.1 g。

4.7.4 测定步骤

将量筒加标准硬水至 180 mL 刻度线处，置量筒于天平上，称入试样 1.0 g(精确至 0.1 g)，加标准硬水至距离量筒塞子底部 9 cm 的刻度线处，盖上塞，以量筒底部为中心，上下颠倒 30 次(每次 2 s)。放在试验台上静置 1 min，记录泡沫体积。

4.8 倾倒性试验

4.8.1 方法提要

将置于容器中的悬浮剂试样放置一定时间后，按照规定程序进行倾倒，测定滞留在容器内试样的量；将容器用水洗涤后，再测定容器内的量。

4.8.2 仪器

具磨口塞量筒：500 mL±2 mL；量筒高度 39 cm，上、下刻度间距离 25 mL(或相当的适用于测定倾倒性的其他容器)。

4.8.3 试验步骤

混合好足量试样，及时将其中的一部分置于已经称量的量筒中(包括塞子)，装到量筒的 8/10 处，塞紧磨口塞，放置确定的时间(24 h)。打开塞子，将量筒由直立位置旋转 135 度角倾倒 60 s，再倒置 60 s，重新称量量筒和塞子。

将相当于 80%量筒体积的水(20℃)倒入量筒中，塞紧磨口塞，将量筒颠倒 10 次后，按上述操作倾

倒内容物,第三次称量量筒和塞子。

4.8.4 计算

混合后足量试样倾倒后的残余物 $w_2(\%)$ 和洗涤后的残余物 $w_3(\%)$ 分别按式(3)和式(4)计算:

$$w_2 = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

$$w_3 = \frac{m_3 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

m_1 ——量筒、磨口塞和试样的质量,单位为克(g);

m_2 ——倾倒后,量筒、磨口塞和残余物的质量,单位为克(g);

m_3 ——洗涤后,量筒、磨口塞和残余物的质量,单位为克(g);

m_0 ——量筒、磨口塞恒重后的质量,单位为克(g)。

4.9 低温稳定性试验

GB/T 19137 进行。经轻微搅动,应无可见的粒子和油状物。

4.10 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136 进行。莠去津质量分数应不低于贮前的 95%、悬浮率仍应符合标准要求。

4.11 产品的检验与验收

应符合 GB/T 1604 有关规定。极限数值处理采用修约值比较法。

5 标志、标签、包装、贮运

5.1 莠去津悬浮剂的标志、标签和包装应符合 GB 3796 中的有关规定。

5.2 莠去津悬浮剂可采用带有瓶塞及瓶盖的聚酯瓶包装,每瓶 100 g、500 g、1 000 g 紧密排列于钙塑箱、纸箱或木箱中。根据用户要求或定货协议,可以采用其他形式的包装,但应符合 GB 3796 中的有关规定。

5.3 根据用户要求或定货协议可以采用其他形式的包装,但应符合 GB 3796 中的有关规定。

5.4 包装件应存放在通风,干燥的库房中。

5.5 贮运时,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。

5.6 安全:莠去津悬浮剂属低毒类除草剂,对眼睛、皮肤有一定刺激作用,吞噬或吸入均有毒。使用本品应带有防护手套穿干净的防护服。施药后,应立即用肥皂和水洗净,若因误服或其他原因发生中毒现象,应请医生诊治。

5.7 保证期:在规定的贮运条件下,莠去津悬浮剂的保证期,从生产之日起为 2 年。

附 录 A
(资料性附录)

莠去津质量分数填充柱气相色谱测定方法

A.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解,以三唑酮为内标物,使用聚乙二醇 20 M/Gas Chrom Q 填充的色谱柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的莠去津进行气相色谱分离和测定。

A.2 试剂和溶液

- 三氯甲烷;
- 三唑酮: $w \geq 95\%$,不含有干扰分析的杂质;
- 莠去津标样:已知莠去津质量分数 $w \geq 99.0\%$;
- 内标溶液:称取 10.0 g 的三唑酮,置于 1 000 mL 容量瓶中,用三氯甲烷溶解并稀释至刻度,摇匀。

A.3 仪器

- 气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器;
- 色谱柱:3% 聚乙二醇 20 M/Gas Chrom Q(80 目~100 目)不锈钢柱(或玻璃柱)。

A.4 气相色谱操作条件

- 温度($^{\circ}\text{C}$):柱温 200 ± 5 , 气化室 230, 检测器室 230;
- 气体流量(mL/min):载气(N_2) 80.0、氢气 40、空气 400;
- 进样量(μL):1.0;
- 保留时间(min):莠去津 约 4.6, 内标物 约 7.4。

上述气相色谱操作条件,系典型操作参数。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。典型的莠去津悬浮剂与内标物填充柱气相色谱图见图 A.1。

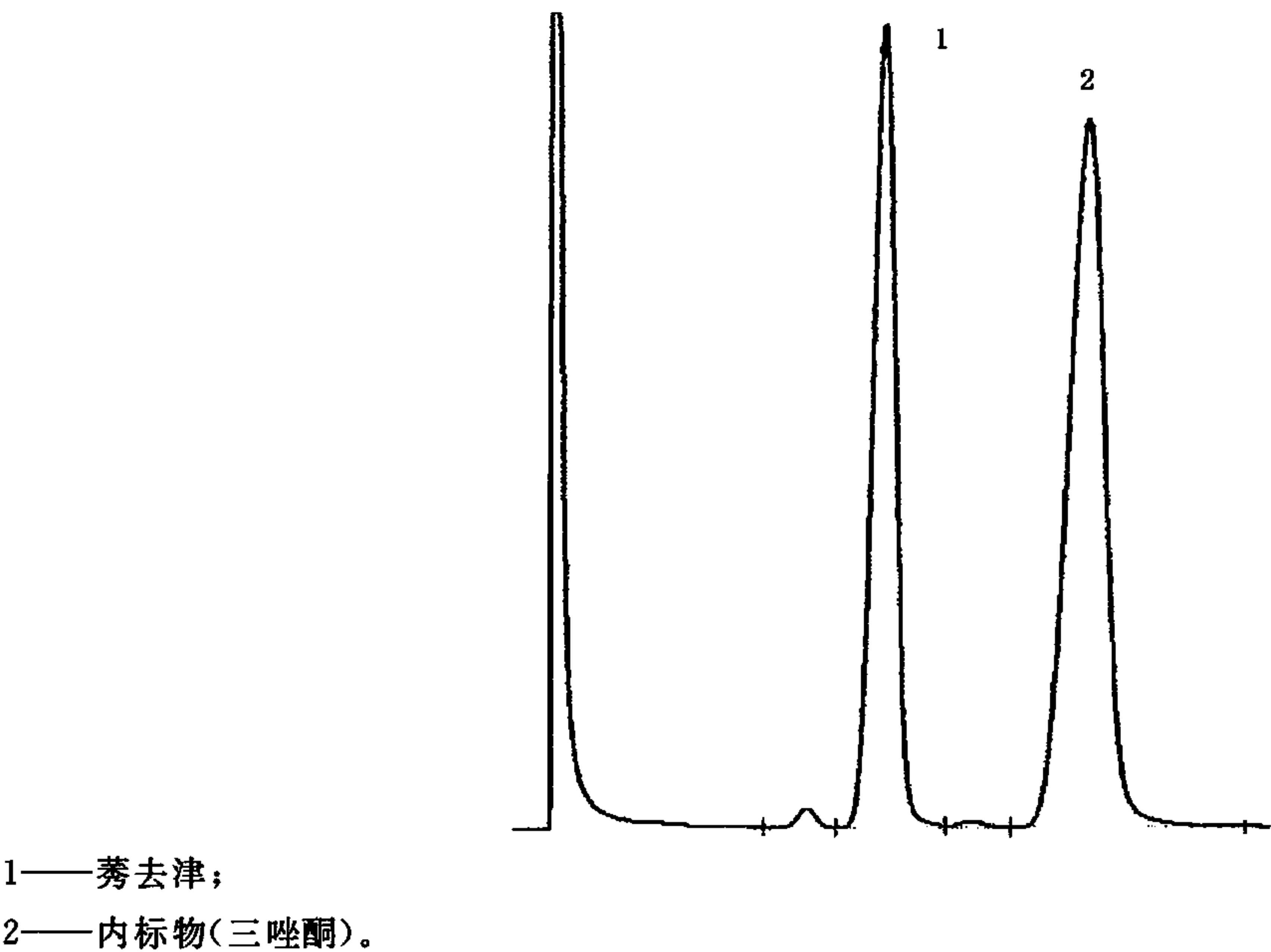


图 A.1 莠去津悬浮剂与内标物填充柱气相色谱图

A.5 测定步骤

A.5.1 标样溶液的配制

称取莠去津标样 0.1 g(精确至 0.000 2 g),置于 15 mL 具塞玻璃瓶中,用移液管移入 10 mL 内标溶液,摇匀。

A.5.2 试样溶液的配制

称取约含莠去津 0.1 g 的试样(精确至 0.000 2 g),置于 15 mL 具塞玻璃瓶中,用 A.5.1 中使用的同一支移液管移入 10 mL 内标溶液,摇匀。

A.5.3 测定

在上述操作条件下,待仪器基线稳定后,连续注入数针标样溶液,计算各针莠去津与内标物峰面积之比的重复性,待相邻两针莠去津与内标物峰面积的比的相对变化小于 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。

A.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莠去津和内标物的峰面积比分别进行平均。试样中莠去津的质量分数 w_1 (%)按式(A.1)计算,质量浓度 ρ_1 [g/L(20 °C)]按式(A.2)计算:

$$w_1 = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot w}{r_1 \cdot m_2} \dots\dots\dots (A.1)$$

$$\rho_1 = \frac{r_2 \times m_1 \times w \times \rho}{r_1 \times m_2} \times 10 \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

- r_1 ——标样溶液中,莠去津与内标物峰面积比的平均值;
- r_2 ——试样溶液中,莠去津与内标物峰面积比的平均值;
- m_1 ——标样的质量,单位为克(g);
- m_2 ——试样的质量,单位为克(g);
- w ——莠去津标样的质量分数,以%表示;
- ρ ——20 °C时试样的密度,单位为克每毫升(g/mL)(按 GB/T 4472 进行测定)。

A.7 允许差

两次平行测定结果之差应不大于 1.0%,取其算术平均值作为测定结果。