ICS 65.100.20

CCS G 25

|  |
| --- |
|  |

NY

中华人民共和国农业行业标准

NY/T XXXX—XXXX

|  |
| --- |
|  |

砜吡草唑悬浮剂

Pyroxasulfone suspension concentrate

|  |
| --- |
|  |
| （本稿完成日期：2025.10）  在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。 |

XXXX - XX - XX发布

XXXX - XX - XX实施

中华人民共和国农业农村部   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。

本文件由中华人民共和国农业农村部提出。

本文件由全国农药标准化技术委员会(SAC/TC 133)归口。

本文件起草单位：沈阳沈化院测试技术有限公司等。

本文件主要起草人： 侯德粉等。

砜吡草唑悬浮剂

1. 范围

本文件规定了砜吡草唑悬浮剂的技术要求、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。

本文件适用于砜吡草唑悬浮剂产品的质量控制。

注：砜吡草唑的其他名称、结构式和基本物化参数参见附录A。

1. 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 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 14825-2023 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

1. 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

1. 技术要求
   1. 外观

可流动的、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。

* 1. 技术指标

砜吡草唑悬浮剂应符合表1要求。

1. 砜吡草唑悬浮剂技术指标

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 项 目 | | 指 标 |
| 40%规格 |
| 砜吡草唑质量分数/% | | 40.0±2.0 |
| 砜吡草唑质量浓度a/（g/L，20℃） | | 480±24 |
| pH值 | | 5.0～8.0 |
| 悬浮率/% | | ≥90 |
| 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75μm试验筛)/% | | ≥98 |
| 持久起泡性（1 min后泡沫量)/mL | | ≤50 |
| 低温稳定性 | | 冷储后，悬浮率和湿筛试验仍符合本文件要求为合格。 |
| 热储稳定性 | | 热储后，砜吡草唑质量分数应不低于储前的95%，pH值、悬浮率、倾倒性、湿筛试验仍符合本文件要求为合格。 |
| 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。 | | |

1. 试验方法

警告：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。

* 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。

* 1. 取样

按 GB/T 1605—2001中5.3.2的规定执行。用随机数表法确定取样的包装件；最终取样量应不少于800 mL。

* 1. 鉴别试验

本鉴别试验可与砜吡草唑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砜吡草唑的色谱峰的保留时间，其相对差应在1.5%以内。

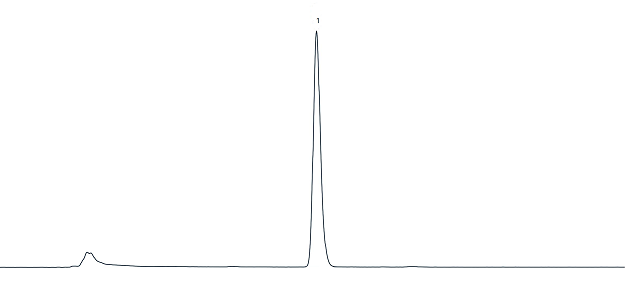
* 1. 外观的测定

采用目测法测定。

* 1. 砜吡草唑质量分数的测定
     1. 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水为流动相，使用以 C18为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长225 nm下对试样中的砜吡草唑进行高效液相色谱分离，外标法定量。

* + 1. 试剂和溶液
       1. 乙腈：色谱级。
       2. 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。
       3. 砜吡草唑标样：已知砜吡草唑质量分数且不低于98.0%。
    2. 仪器
       1. 高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。
       2. 色谱柱：150 mm×4.6 mm(内径)不锈钢柱，内装 C18、5 m 填充物(或具等同效果的色谱柱)。
       3. 过滤器：滤膜孔径约0.45 m。
       4. 定量进样管：5 L。
       5. 超声波清洗器。
    3. 高效液相色谱操作条件
       1. 流动相：*ψ*乙腈:水=55:45。
       2. 流速：1.0 mL/min。
       3. 柱温：室温(温度变化应不大于2℃)。
       4. 检测波长：225 nm。
       5. 进样体积：5 L。
       6. 保留时间：砜吡草唑约6.1 min。
       7. 上述液相色谱操作条件是典型操作参数。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。典型的砜吡草唑悬浮剂高效液相色谱图见图1。



标引序号说明：

1－砜吡草唑。

1. 砜吡草唑悬浮剂的高效液相色谱图
   * 1. 测定步骤
        1. 标样溶液的制备

称取0.06 g（精确至0.000 1 g）砜吡草唑标样，置于100 mL容量瓶中，用乙腈溶解并稀释至刻度，摇匀。

* + - 1. 试样溶液的制备

称取含砜吡草唑0.06 g（精确至0.000 1 g）的试样，置于100 mL容量瓶中，先加入5 mL水分散，再加入60mL乙腈溶解，超声3min，冷却后用乙腈稀释至刻度，摇匀，过滤。

* + - 1. 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，直至相邻两针砜吡草唑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。

* + 1. 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砜吡草唑峰面积分别进行平均，试样中砜吡草唑的质量分数按式(1)计算，砜吡草唑的质量浓度按公式（2）计算：





式中：

*w*1——砜吡草唑的质量分数，以%表示；

*A*2——试样溶液中，砜吡草唑峰面积的平均值；

*m*1——标样的质量的数值，单位为克（g)；

*wb*——标样中砜吡草唑的质量分数，以%表示；

*A*1——标样溶液中，砜吡草唑峰面积的平均值；

*m*2——试样的质量的数值，单位为克（g)；

*ρ*1——20 ℃时试样中砜吡草唑质量浓度的数值，单位为克每升（g/L）；

*ρ*——20 ℃时试样的密度的数值，单位为克每毫升（g/mL）（按 GB/T 32776—2016 中3.3或3.4进行测定）；

10——单位换算系数。

* + 1. 允许差

砜吡草唑质量分数两次平行测定结果之差应不大于0.6%，取其算术平均值作为测定结果。

* 1. pH值

按 GB/T 1601 的规定执行。

* 1. 悬浮率
     1. 测定

称取0.5 g(精确至0.000 1 g)试样，按 GB/T 14825-2023中4.2的进行。用60 mL乙腈将量筒内剩余的25 mL悬浮液及沉淀物全部转移至100 mL容量瓶中，超声波下振荡5 min，冷却至室温，用乙腈定容至刻度，摇匀，过滤。按5.5测定砜吡草唑质量，计算悬浮率。

* + 1. 计算

悬浮率按式（3）计算：



式中：

*w*2——悬浮率，%；

*A*3——标样溶液中，砜吡草唑峰面积的平均值；

*m*4——试样的质量的数值，单位为克(g)；

*wb*——标样中砜吡草唑的质量分数，%；

*A*4——试样溶液中，砜吡草唑峰面积的平均值；

*m*3——砜吡草唑标样的质量的数值，单位为克(g)；

*w1*——试样中砜吡草唑的质量分数，%；

——换算系数。

* 1. 倾倒性

按 GB/T 31737进行。

* 1. 湿筛试验

按 GB/T 16150-1995中2.2进行。

* 1. 持久起泡性

按 GB/T 28137进行。

* 1. 低温稳定性试验

按 GB/T 19137-2003中2.2进行。

* 1. 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%。

1. 检验规则
   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章技术指标中外观、砜吡草唑质量分数、砜吡草唑质量浓度、pH值、悬浮率、倾倒性、湿筛试验和持久起泡性。

* 1. 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。

* 1. 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章的技术要求判为该批次产品不合格。

1. 验收和质量保证期
   1. 验收

应符合 GB/T 1604的规定。

* 1. 质量保证期

在8.2的储运条件下，砜吡草唑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，各项指标均应符合本文件要求。

1. 标志、标签、包装、储运
   1. 标志、标签、包装

砜吡草唑悬浮剂的标志、标签、包装应符合 GB 3796的规定；砜吡草唑悬浮剂包装采用塑料瓶或聚酯瓶包装；也可根据用户要求或订货协议可采用其他形式的包装，但需符合 GB 3796的规定。

* 1. 储运

砜吡草唑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。

1. （资料性）  
   砜吡草唑的其他名称、结构式和基本物化参数

砜吡草唑的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——ISO通用名称：Pyroxasulfone；

——CAS登录号：447399-55-5；

——化学名称：3-[[[5-(二氟甲氧基)-1-甲基-3-(三氟甲基)-1H-吡唑-4-基]甲基]磺酰基]-4,5-二氢-5,5-二甲基异噁唑;

——结构式：



——分子式：C12H14F5N3O4S；

——相对分子质量：391.3；

——生物活性：除草；

——蒸气压（25 ℃）：2.4×10-6 Pa；

——溶解度（g/L，20℃）：水中3.49×10-3，正己烷中0.072，甲苯中11.3，二氯甲烷中151，甲醇中11.4，乙酸乙酯中97，丙酮中大于250。

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_