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

|  |
| --- |
|  |

唑啉草酯可分散油悬浮剂

Pinoxaden oil-based suspension concentrate

|  |
| --- |
|  |
| （本稿完成日期：2025.11）  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。

本文件由农业农村部种植业管理司提出。

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：

本文件主要起草人：

唑啉草酯可分散油悬浮剂

1. 范围

本文件规定了唑啉草酯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，描述了唑啉草酯可分散油悬浮剂的试验方法。

本文件适用于唑啉草酯可分散油悬浮剂产品的质量控制。

注：唑啉草酯和解草酯的其他名称、结构式和基本物化参数见附录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 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 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

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 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 农药密度的测定方法

GB/T 43167 农药检测用标准硬水

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

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，但经摇动后，应恢复原状，不应有结块。

技术指标

唑啉草酯可分散油悬浮剂应符合表1要求。

1. 唑啉草酯可分散油悬浮剂技术指标

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 项 目 | | | | 指 标 | |
| 10%规格 | 20%规格 |
| 唑啉草酯质量分数/% | | | | 10.0±1.0 | 20.0±1.2 |
| 唑啉草酯质量浓度a (20 ℃)/（g/L） | | | | 95±9 | 190±11 |
| 解草酯质量分数/% | | | | 2.5±0.3 | 5.0±0.5 |
| 水分/% | | | | ≤3.0 | |
| pH值 | | | | 3.5～6.5 | |
| 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 | |
| 分散  稳定性 | 最初分散性 | | | 分散完全 | |
| 一定时间后分散性（30 min） | | 沉淀/mL | ≤1.0 | |
| 乳膏或浮油/mL | ≤1.0 | |
| 重新分散性（24 h） | | | 分散完全 | |
| 重新分散性（24.5 h） | | 沉淀/mL | ≤1.0 | |
| 乳膏或浮油/mL | ≤1.0 | |
| 倾倒性 | | 倾倒后残余物/% | | ≤5.0 | |
| 洗涤后残余物/% | | ≤0.5 | |
| 低温稳定性 | | | | 冷储后，pH值、分散稳定性和湿筛试验仍应符合本文件要求。 | |
| 热储稳定性 | | | | 热储后，唑啉草酯质量分数应不低于热储前的95%，解草酯质量分数、pH值、湿筛试验、分散稳定性和倾倒性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。 | | | | | |

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。

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。

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。

鉴别试验

液相色谱法——本鉴别试验可与唑啉草酯（解草酯）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唑啉草酯（解草酯）色谱峰的保留时间，其相对差应在1.5%以内。

外观

采用目测法测定。

唑啉草酯质量分数（质量浓度）和解草酯质量分数

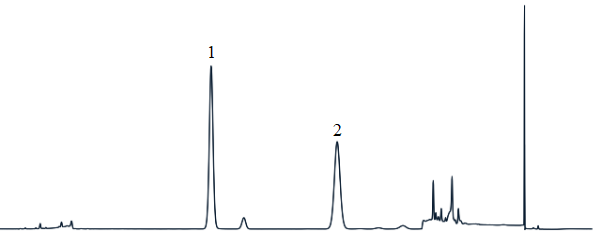
* + 1. 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+磷酸溶液为流动相，使用以 C18为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长240 nm下对试样中的唑啉草酯（解草酯）进行高效液相色谱分离，外标法定量。

* + 1. 试剂和溶液
       1. 乙腈：色谱纯。
       2. 磷酸。
       3. 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。
       4. 磷酸溶液：*ψ*磷酸:水＝2:1000。
       5. 唑啉草酯标样：已知唑啉草酯质量分数且不低于98.0%。
       6. 解草酯标样：已知解草酯质量分数且不低于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：250 mm×4.6 mm（内径）不锈钢柱，内装 C18、5 μm填充物（或具同等效果的色谱柱）。
       3. 超声波清洗器。
       4. 过滤器：滤膜孔径约0.45 μm。
    3. 高效液相色谱操作条件
       1. 流动相：梯度洗脱程序如下：

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 时间/min | 乙腈/% | 磷酸溶液/% |
| 0～20.0 | 50 | 50 |
| 20.1～25.0 | 95 | 5 |
| 25.1～30.0 | 50 | 50 |

* + - 1. 流速：2.0 mL/min。
      2. 柱温：室温（温度变化应不大于2 ℃）。
      3. 检测波长：240 nm。
      4. 进样体积：5 L。
      5. 保留时间：唑啉草酯约10.8 min，解草酯约17.2 min。
      6. 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。典型的唑啉草酯可分散油悬浮剂的高效液相色谱图见图1。



标引序号说明：

1－唑啉草酯；

2－解草酯。

1. 唑啉草酯可分散油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）解草酯标样，置于100 mL容量瓶中，加入60 mL乙腈，超声3 min，冷却至室温后，用乙腈稀释至刻度，摇匀。

称取0.05 g（精确至0.000 1 g）唑啉草酯标样，置于100 mL容量瓶中，加入20 mL解草酯标样溶液，加入60 mL乙腈，超声3 min，冷却至室温后，用乙腈稀释至刻度，摇匀。

* + - 1. 试样溶液的制备

称取含唑啉草酯0.05 g（精确至0.000 1 g）的可分散油悬浮剂试样，置于100 mL容量瓶中，加入60 mL乙腈，超声3 min，冷却至室温后，用乙腈稀释至刻度，摇匀，过滤。

* + - 1. 测定

在5.5.4的操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针唑啉草酯（解草酯）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唑啉草酯（解草酯）的峰面积分别进行平均。试样中唑啉草酯（解草酯）的质量分数按公式(1)计算，唑啉草酯质量浓度按公式（2）计算：

..................................(1)

..............................(2)

式中：

*w*1——试样中唑啉草酯（解草酯）的质量分数，%；

*A*2——试样溶液中，唑啉草酯（解草酯）峰面积的平均值；

*m*1——唑啉草酯（解草酯）标样质量的数值，单位为克（g）；

*w*b——标样中唑啉草酯（解草酯）的质量分数，%；

*A*1——标样溶液中，唑啉草酯（解草酯）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 ℃时试样中唑啉草酯质量浓度的数值，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；

*n*—标样溶液的稀释倍数，*n*=1（唑啉草酯）；*n*=5（解草酯）。

* + 1. 允许差

唑啉草酯质量分数两次平行测定结果之差，5%可分散油悬浮剂应不大于0.2%，10%可分散油悬浮剂应不大于0.3%，解草酯质量分数两次平行测定结果之差应不大于0.2%，分别取其算术平均值作为测定结果。—

水分

按 GB/T 1600-2021中4.2进行。

pH值

按 GB/T 1601进行。

湿筛试验

按 GB/T 16150-1995中2.2进行。

持久起泡性

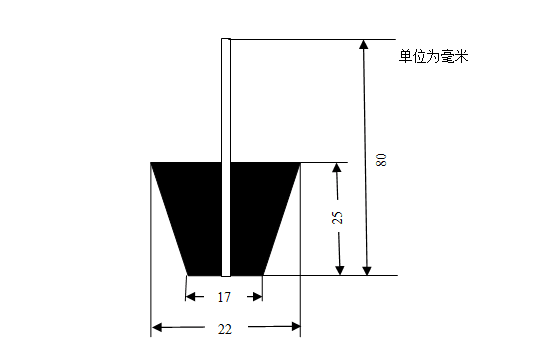
按 GB/T 28137进行。

分散稳定性

* + 1. 方法提要

按规定浓度制备分散液，分别置于两个带刻度的乳化管中，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稳定性。

* + 1. 仪器和材料
       1. 乳化管：锥形底硼硅酸盐玻璃离心管，刻度至100 mL，刻度长约15 cm。0~0.5mL，分度值0.05 mL；0.5 mL~2 mL，分度值0.1 mL；2 mL~3 mL，分度值0.2 mL；3 mL~5 mL，分度值0.5 mL；5 mL~10 mL，分度值1 mL。
       2. 橡胶塞：与乳化管配套使用（以盖住乳化管口不掉为宜，参考尺寸见图2），带有80 mm长玻璃排气管（外径4.4 mm~4.8 mm，内径2.5 mm~3.0 mm）。
       3. 刻度量筒：250 mL。
       4. 可调节灯：配60 W珍珠灯泡（或具有同等强度光源）。
       5. 移液管：10 mL。
       6. 标准硬水：标准硬水D（除非另有规定），按 GB/T 43167配制。



1. 带有玻璃排气管的橡胶塞
   * 1. 试验步骤
        1. 分散液的制备

在室温下(23℃±2℃)，分别向两个250 mL刻度量筒中加标准硬水至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。若是固体样品制剂，小心地将称量的样品加到水面上。最后用标准硬水定容至量筒刻度。以量筒中部为轴心，上下颠倒30次，确保量筒中液体温和地流动，不发生反冲，每次颠倒需2 s（用秒表观察所用时间）。用其中一个量筒做最初分散性和静置30 min的分散性试验，另一个量筒做重新分散性试验。

* + - 1. 最初分散性

分散液制备好后，立即观察第一只量筒中试样是否完全分散，若未完全分散，记录沉淀、乳膏或浮油。

* + - 1. 静置30 min的分散性

立即将第一只量筒中的分散液转移，然后同时进行沉淀体积和乳膏（浮油）体积的测定。

* + - * 1. 沉淀体积的测定

将第一只量筒中100 mL分散液转移至乳化管中，盖上橡胶塞，在室温下(23℃±2℃)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（通常反射光比透射光更易观察到沉淀），记录沉淀体积（精确至0.05 mL）。

* + - * 1. 乳膏（浮油）体积的测定

将第一只量筒中分散液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，去除溢出的分散液，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，记录形成的乳膏或浮油的体积（精确至0.05 mL）。测定乳化管总体积，计算乳膏或浮油体积的校正因子，按公式(3)计算，校正后乳膏或浮油的体积按公式(4)计算：

 (3)

 (4)

式中：

*F* ——测量的乳膏或浮油体积的校正因子；

*V*0——乳化管总体积，单位为毫升（mL）；

*V*1’——校正后乳膏或浮油的体积，单位为毫升（mL）；

*V*1——测量的乳膏或浮油的体积，单位为毫升（mL）。

* + - 1. 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后，按5.10.3.1方法颠倒量筒30次，立即观察量筒中试样是否完全分散，若未完全分散，记录沉淀、乳膏（浮油）。同时将此分散液转移到另外的乳化管中，按5.10.3.3静置30 min后，测定沉淀、乳膏（浮油）的体积。

倾倒性

按 GB/T 31737进行。

低温稳定性

按 GB/T 19137—2003中2.1进行。

热储稳定性

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

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、唑啉草酯质量分数、唑啉草酯质量浓度、解草酯质量分数、水分、pH值、湿筛试验、持久起泡性、分散稳定性和倾倒性。

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。

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

验收

应符合 GB/T 1604的规定。

质量保证期

在8.2的储运条件下，唑啉草酯可分散油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

标志、标签、包装

唑啉草酯可分散油悬浮剂的标志、标签和包装应符合 GB 3796的规定；唑啉草酯可分散油悬浮剂的包装采用清洁、干燥的聚酯瓶包装，外用瓦楞纸箱包装。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。

储运

唑啉草酯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。

1. （资料性）  
   唑啉草酯和解草酯其他名称、结构式和基本物化参数
   1. 唑啉草酯

唑啉草酯的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——ISO通用名称：Pinoxaden；

——化学名称：8-(2,6-二乙基-p-甲苯基)-1,2,4,5-四氢-7-氧-7H-吡唑[1,2-d][1,4,5]氧二唑频-9-基2,2-二甲基丙酸酯；

——CAS登录号：243973-20-8；

——结构式：



——分子式：C23H32N2O4；

——相对分子质量：400.5；

——生物活性：除草；

——熔点：120.5 ℃~121.6 ℃；

——蒸气压：2.0×10-4 mPa（20 ℃）、4.6×10-4 mPa（25 ℃）；

——溶解度（20℃~25℃，g/L）：水中0.2，丙酮中250、二氯甲烷中大于500、乙酸乙酯中130、己烷中1.0、甲醇中260、辛醇中140、甲苯中130；

——稳定性（20 ℃）：水解 DT50 24.1 d（pH 4）、25.3 d（pH 5）、14.9 d（pH 7）、0.3 d（pH 9）。

* 1. 解草酯

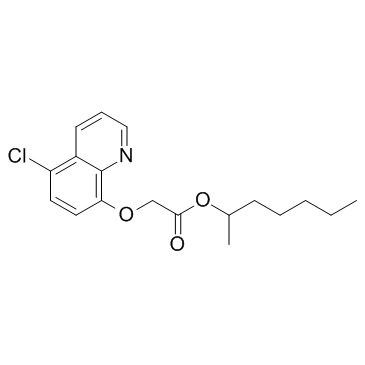
解草酯的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——ISO通用名称：cloquintocet-mexyl；

——化学名称：1-甲基己基(5-氯-8-喹啉氧基)乙酸酯；

——CAS登录号：99607-70-2；

——结构式：



——分子式：C18H22ClNO3；

——相对分子质量：335.8；

——生物活性：解毒。

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