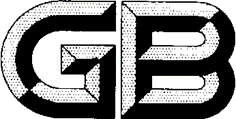
ICS 65.100.20

CCS G 25

|  |
| --- |
|  |

GB

**中华人民共和国国家标准**

GB/T 22606—XXXX

|  |
| --- |
| 代替 GB/T 22606-2008 |

莠去津原药

Atrazine technical materiral

|  |
| --- |
| （征求意见稿） |
| （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

**发 布**

**国家市场监督管理总局**

**国家市场监督管理总局 国家标准化管理委员会**

**发布发布发布**

**国家市场监督管理总局**

**中国国家标准化管理委员会**

**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。

本文件代替 GB/T 22606—2008《莠去津原药》，与 GB/T 22606—2008相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

——修改了外观的描述（见4.1，2008年版的3.1）；

——删除了干燥减量的技术指标（见4.2，2008年版的3.2）；

——增加了水分的技术指标（见4.2，2008年版的3.2）；

——增加了pH 值的技术指标（见4.2，2008年版的3.2）；

——增加了扑灭津质量分数和西玛津质量分数（见4.2）；

——修改了气相色谱法的内标物（见5.5.1，2008年版的4.3）

——增加了高效液相色谱法（见5.5.2）

——增加了“检验规则”一章（见第6章）；

——删除了对验收期的要求，增加了对质量保证期的要求（见7.2,2008年版的5.7）。

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：。

本文件主要起草人：。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——2017年首次发布为 GB/T 22606-2017；

——本次为第一次修订。

莠去津原药

1. 范围

本文件规定了莠去津原药的技术要求、检验规则、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运，描述了莠去津原药的试验方法。

本文件适用于莠去津原药产品的质量控制。

莠去津、扑灭津、西玛津的的其他名称、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 1600—2021 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 43179—2023 农药*N*，*N*-二甲基甲酰胺不溶物测定方法

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

类白色固体。

* 1. 技术指标

莠去津原药应符合表1的要求。

1. 莠去津原药技术指标

|  |  |
| --- | --- |
| 项 目 | 指 标 |
| 莠去津质量分数/% | ≥97.0 |
| 扑灭津质量分数/% | ≤1.0 |
| 西玛津质量分数/% | ≤1.0 |
| 水分/％ | ≤0.5 |
| *N*,*N*-二甲基甲酰胺不溶物/% | ≤0.5 |
| pH 值 | 5.0~8.0 |

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。

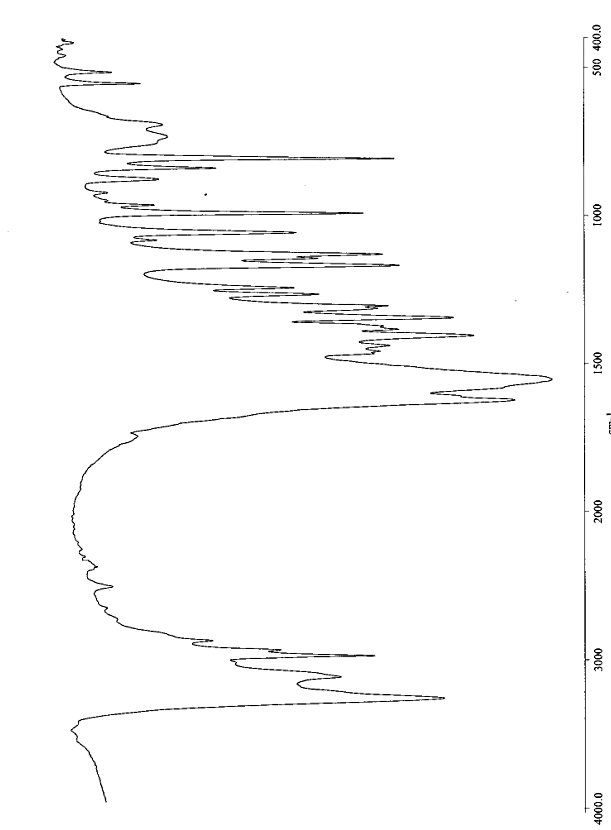
* 1. 取样

按 GB/T 1605—2001 中5.3.1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100 g。

* 1. 鉴别试验

红外光谱法

莠去津原药与莠去津标样在4 000 cm—1～400 cm—1范围的红外吸收光谱图应无明显区别。莠去津标样的红外光谱图见图1。



波数，cm-1

1. 莠去津标样的红外光谱图
   * 1. 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。在相同的色谱操作条件下，试样溶液中某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。

高效液相色谱法

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莠去津色谱峰的保留时间，其相对差应在1.5％以内。

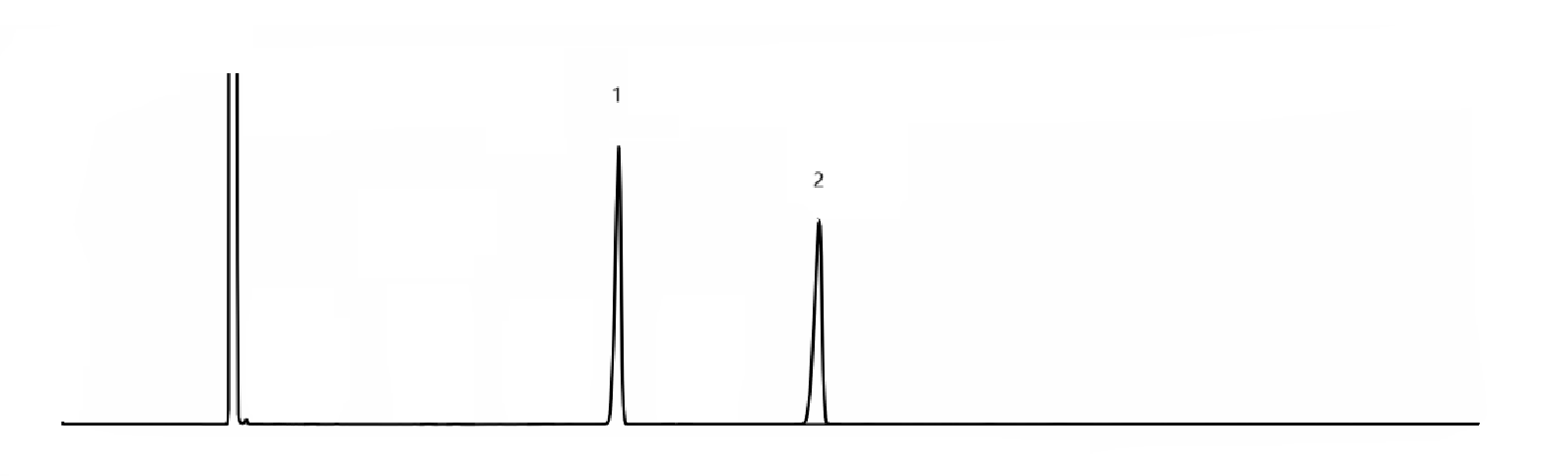
* 1. 外观

采用目测法测定。

* 1. 莠去津质量分数的测定
     1. 气相色谱法（仲裁法）
        1. 方法提要

试样用二氯甲烷溶解，以邻苯二甲酸二丁酯为内标物，使用键合聚乙二醇毛细管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，内标法定量。

* + - 1. 试剂和溶液
         1. 二氯甲烷。
         2. 内标物：邻苯二甲酸二丁酯，应不含有干扰分析的杂质。
         3. 内标溶液A：称取2.5 g邻苯二甲酸二丁酯，置于500 mL容量瓶中，用二氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀。
         4. 莠去津标样：已知质量分数且不低于98.0％。
      2. 仪器
         1. 气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器。
         2. 色谱柱：30 m×0.32 mm（内径）毛细管柱，键合聚乙二醇，膜厚0.25 μm(或具同等效果的色谱柱)。
      3. 气相色谱操作条件
         1. 温度（℃）：柱室 230，气化室 250，检测器室 280。
         2. 气体流量（mL/min）：载气（N2）2.0，氢气 30，空气 300，补偿气（N2）25。
         3. 分流比：20:1。
         4. 进样体积：1.0 µL。
         5. 保留时间：内标物约4.9 min、莠去津约6.8 min。
         6. 5.5.2.4.1～5.5.2.4.5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。典型的莠去津原药与内标物的气相色谱图见图2。



标引序号说明：

1——内标物；

2——莠去津。

1. 莠去津原药与内标物的气相色谱图
   * + 1. 测定步骤
          1. 标样溶液的制备

称取0.05 g（精确至0.000 1 g）莠去津标样于15 mL具塞瓶中，用移液管加入10 mL内标溶液A，摇匀。

* + - * 1. 试样溶液的制备

称取含0.05 g（精确至0.000 1 g）莠去津的试样于15 mL具塞瓶中，用与5.5.2.5.1同一支移液管加入10 mL内标溶液，摇匀。

* + - 1. 测定

在5.5.1.4色谱操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针莠去津与内标物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。

* + - 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的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按公式（1）计算：



式中：

*w*1——试样中莠去津的质量分数，％；

*r*2——试样溶液中莠去津与内标物峰面积比的平均值；

*m*1——莠去津标样的质量的数值，单位为克（g）；

*w*——标样中莠去津的质量分数，％；

*r*1——标样溶液中莠去津与内标物峰面积比的平均值；

*m*2——试样质量的数值，单位为克（g）。

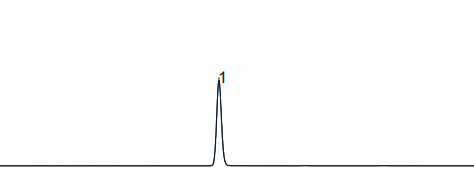
* + - 1. 允许差

两次平行测定结果之差应不大于1.2％，取其算术平均值作为测定结果。

* + 1. 高效液相色谱法
       1. 方法提要

试样用甲醇溶解,以甲醇+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254 nm下，对试样中的莠去津进行高效液相色谱分离，外标法定量。

* + - 1. 试剂和溶液
         1. 甲醇：色谱纯。
         2. 水：新蒸二次蒸馏水或超纯水。
         3. 磷酸。
         4. 磷酸溶液：*ψ*磷酸:水 =1:1000。
         5. 莠去津标样：已知质量分数且不低于98.0％。
      2. 仪器
         1. 高效液相色谱仪：具有紫外可变波长检测器。
         2. 色谱柱：250 mm×4.6 mm（内径）不锈钢住，内装C18、5 µm填充物（或具有同等效果的色谱柱）。
         3. 超声波清洗器。
      3. 液相色谱操作条件
         1. 流动相：*ψ*甲醇∶磷酸溶液 =65∶35。
         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：262 nm。
         5. 进样体积：5 μL。
         6. 保留时间：莠去津约 8.1 min。
         7. 在5.5.2.4.1～5.5.2.4.6液相色谱操作条件，系典型操作参数，可根据不同仪器进行调整，以期获得最佳效果，典型的莠去津原药的高效液相色谱图见图3。



标引序号说明：

1——莠去津。

1. 莠去津原药的高效液相色谱图
   * + 1. 测定步骤
          1. 标样溶液的制备

称取0.05 g（精确至0.000 1 g）莠去津标样，置于100 mL容量瓶中，加入约50 mL甲醇，超声振荡5 min，冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀。

* + - * 1. 试样溶液的制备

称取含莠去津0.05 g（精确至0.000 1 g）的试样，置于100 mL容量瓶中，加入约50 mL甲醇，超声振荡5 min，冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀。

* + - 1. 测定

在5.5.1.4色谱操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针莠去津峰面积的相对变化小于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。

* + - 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的莠去津的峰面积分别进行平均，试样中莠去津的质量分数按公式（2）计算：



式中：

*w*1——试样中莠去津的质量分数，％；

*A*2——试样溶液中莠去津面积的平均值；

*m*3——莠去津标样的质量的数值，单位为克（g）；

*w*b——标样中莠去津的质量分数，％；

*A*1——标样溶液中莠去津峰面积的平均值；

*m*4——试样质量的数值，单位为克（g）。

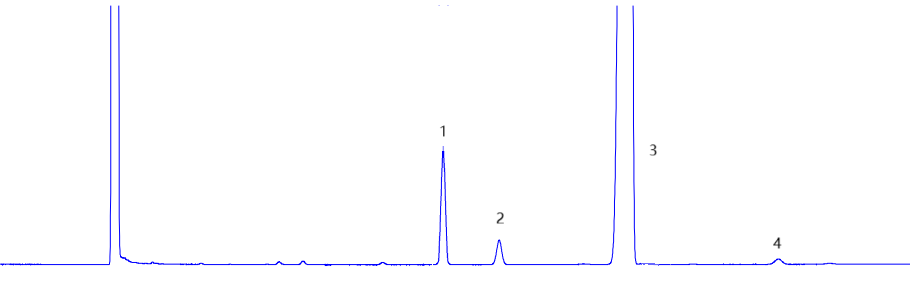
* + - 1. 允许差

两次平行测定结果之差应不大于1.2％，取其算术平均值作为测定结果。

* 1. 扑灭津、西玛津质量分数
     1. 方法提要

试样用二氯甲烷溶解，以邻苯二甲酸二丁酯为内标物，使用键合聚乙二醇毛细管柱和氢火焰离子化检测器对试样中的扑灭津、西玛津进行气相色谱的分离，内标法定量。本方法中扑灭津、西玛津的定量限均为0.01 mg/mL，样品中扑灭津、西玛津质量分数的定量限均为0.05%。

* + 1. 试剂和溶液
       1. 二氯甲烷。
       2. 内标物：邻苯二甲酸二丁酯，应没有干扰分析的杂质。
       3. 内标溶液B：移取5.5.1.2.3中内标溶液A 1 mL于50 mL的容量瓶中，用二氯甲烷稀释至刻度，摇匀。
       4. 扑灭津标样：已知扑灭津质量分数且不低于98.0%。
       5. 西玛津标样：已知西玛津质量分数且不低于98.0%。
    2. 仪器
       1. 气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器。
       2. 色谱数据处理机或工作站
       3. 色谱柱：30 m×0.32 mm(内径)毛细管柱，键合聚乙二醇，膜厚0.25 μm(或具同等效果的色谱柱)。
       4. 超声波清洗器。
       5. 过滤器：滤膜孔径约0.45 μm。
    3. 气相色谱操作条件
       1. 温度（℃）：柱室230、气化室250、检测室280。
       2. 气体流量（mL/min）：载气（N2）2.0、氢气30、空气300，补偿气（N2）25。
       3. 分流比：20：1。
       4. 进样体积：1.0 μL。
       5. 保留时间：内标物约4.9 min、扑灭津约5.4 min、莠去津约6.8 min、西玛津约8.4min。
       6. 5.6.4.1~5.6.4.5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。典型的莠去津原药中莠去津、扑灭津、西草津与内标物气相色谱图见图4。



标引序号说明：

1——内标物。

2——扑灭津。

3——莠去津。

4——西玛津。

1. 莠去津原药中莠去津、扑灭津、西玛津与内标物的气相色谱图
   * 1. 测定步骤
        1. 标样溶液的制备

分别称取0.05 g（精确至0.000 1 g）扑灭津、西草津标样，置于50 mL容量瓶中，用二氯甲烷稀释至刻度，摇匀。用移液管移取1 mL上述溶液于15 mL具塞瓶中，用移液管加入10 mL内标溶液B，摇匀。

* + - 1. 试样溶液的制备

称取0.2 g（精确至0.000 1 g）试样，置于10mL具塞瓶中，用5.6.5.1中移取内标溶液的同一支移液管移取10 mL内标溶液B，摇匀。

* + - 1. 测定

在5.6.4的操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针扑灭津或西玛津与内标物峰面积比相对变化小于5%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与内标物的峰面积之比分别进行平均。试样中扑灭津或西玛津质量分数按公式(3)计算：



式中：

*w*2——试样中扑灭津或西玛津的质量分数，%；

*r*4——试样溶液中，扑灭津或西玛津与内标物峰面积比的平均值；

*m*5——扑灭津或西玛津标样质量的数值，单位为克（g）；

*w*b1——标样中扑灭津或西玛津的质量分数，%；

*r*3——标样溶液中，扑灭津或西玛津与内标物峰面积比的平均值；

*m6*——试样质量的数值，单位为克（g）；

*n* ——标样稀释倍数,*n*=50。

* + 1. 允许差

扑灭津或西玛津两次平行测定结果之相对差应不大于20%，取其算术平均值作为测定结果。

* 1. *N*，*N*-二甲基甲酰胺不溶物

按 GB/T 43179—2023 中6进行。

* 1. 水分

按 GB/T 1600—2021 中4.2进行。

* 1. pH值

按 GB/T 1601 进行。

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章中外观、莠去津质量分数、水分和pH值。

* 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） 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，则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，莠去津原药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

莠去津原药标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定。

莠去津原药应采用清洁、干燥的内衬聚氯乙烯（PVC）的编织袋或纸板桶包装，每件净重应不超过50 kg。

* 1. 储运

莠去津原药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，避免渗入地面；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）

莠去津的其他名称、结构式和基本物化参数

* 1. 莠去津

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；

——CAS登录号：1912-24-9；

——化学名称：6-氯-*N*2-乙基-*N*4-（异丙基）-1,3,5-三嗪-2,4二胺；

——其他名称：‌[阿特拉津](https://www.baidu.com/s?wd=%E9%98%BF%E7%89%B9%E6%8B%89%E6%B4%A5&rsv_idx=2&tn=baiduhome_pg&usm=3&ie=utf-8&rsv_pq=887d400200010d2d&oq=%E8%8E%A0%E5%8E%BB%E6%B4%A5&rsv_t=88a4xwb7UqizDwMrAGALNZ6A5eGO9mHSokRX1EPvH/zbEAO3dRVVP0IocKYi2tHpiKPe&sa=re_dqa_generate" \t "https://www.baidu.com/_self)；

——结构式：



——实验式：C8H14ClN5；

——相对分子质量：215.7；

——生物活性：除草；

——溶解度（20 ℃～25 ℃，g/L）：丙酮31；二氯甲烷28；乙醇15；乙酸乙酯24；正己烷0.11；正辛醇8.7；甲苯4.0。

* 1. 扑灭津

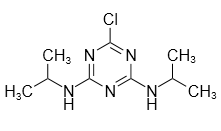
扑灭津的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——ISO通用名称：propazine；

——CAS登录号：139-40-2；

——化学名称：6*-*氯*-N2,N4-*二异丙基*-*1,3,5-三嗪-2,4-二胺；

——结构式：



——实验式：C9H16ClN5；

——相对分子质量：229.7；

——溶解度（20 ℃～25 ℃，g/L）：水5.0 mg/L；甲苯5.4，苯5.4，四氯化碳4.0；

—— 稳定性：中性、弱酸、弱碱介质中稳定，受热时和酸碱反应。

* 1. 西玛津

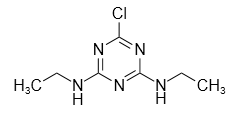
西玛津的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——ISO通用名称：simazine；

——CAS登录号：122-34-9；

——化学名称：6-氯-*N2,N4*-二乙基-1,3,5-三嗪-2,4-二胺；

——结构式：



——实验式：C7H12ClN5；

——相对分子质量：201.7；

——溶解度（20 ℃～25 ℃，g/L）：丙酮1.5；乙醇0.57；正己烷0.0031；甲苯0.13。

—— 稳定性：中性、弱酸、弱碱介质中稳定，易被强酸强碱水解。

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