ICS 65.100.20

CCS G 25

团体标准

T/ZNX XXX—2023

50%异丙甲草胺水乳剂

50 % Metolachlor emulsion,oil in water

 (征求意见稿)

2023 - XX - XX发布

2023 - XX - XX实施

浙江省农药工业协会   发布

目  次

[前言 II](#_Toc141173201)[\_Toc141173202](#_Toc141173202)

[1 范围 2](#_Toc141173203)

[2 规范性引用文件 2](#_Toc141173204)

[3 术语和定义 2](#_Toc141173205)

[4 技术要求 2](#_Toc141173206)

[4.1 外观 2](#_Toc141173207)

[4.2 技术指标 2](#_Toc141173209)

[5 试验方法 2](#_Toc141173211)

[5.1 一般规定 2](#_Toc141173212)

[5.2 取样 2](#_Toc141173213)

[5.3 鉴别试验 2](#_Toc141173214)

[5.4 外观 2](#_Toc141173215)

[5.5 异丙甲草胺质量分数的测定 2](#_Toc141173216)

[5.6 杂质的测定 2](#_Toc141173217)

[5.7 pH值的测定 2](#_Toc141173228)

[5.8 倾倒性的测定 2](#_Toc141173229)

[5.9 持久起泡性的测定 2](#_Toc141173230)

[5.10 乳液稳定性试验 2](#_Toc141173231)

[5.11 低温稳定性试验 2](#_Toc141173232)

[5.12 热储稳定性试验 2](#_Toc141173233)

[6 检验规则 2](#_Toc141173234)

[6.1 出厂检验 2](#_Toc141173235)

[6.2 型式检验 2](#_Toc141173237)

[6.3 判定规则 2](#_Toc141173238)

[7 验收和质量保证期 2](#_Toc141173239)

[7.1 验收 2](#_Toc141173240)

[7.2 质量保证期 2](#_Toc141173241)

[8 标志、标签、包装、储运 2](#_Toc141173242)

[8.1 标志、标签和包装 2](#_Toc141173243)

[8.2 储运 2](#_Toc141173245)

[附　录　A （资料性） 异丙甲草胺的其它名称、结构式和基本物化参数 2](#_Toc141173249)

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。

 本文件由浙江省农药工业协会提出。

 本文件由浙江省农药工业协会归口。

 本文件起草单位：杭州颖泰生物科技有限公司、上虞颖泰精细化工有限公司。

 本文件主要起草人：何红东、邵国强、方健、胡红星、徐惠云、周辰。

50 %异丙甲草胺水乳剂

1. 范围

本文件规定了50 %异丙甲草胺水乳剂的技术要求、试验方法、检验规程、验收和质量保证期及标志、标签 、包装、储运。

本文件适用于50 %异丙甲草胺水乳剂产品的质量控制。

注：异丙甲草胺的其他名称、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应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 1603 农药乳液稳定性测定方法

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 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

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

 类白至黄色的乳状液，久置可有少量分层，轻微摇动或搅动仍为均匀乳状液。

* 1. 技术指标

 应符合表1要求。

表1 50 %异丙甲草胺水乳剂控制项目指标

|  |  |
| --- | --- |
| 项 目 |  指 标 |
| 异丙甲草胺质量分数/% | 50.0+2.5 -2.5 |
| 2-乙基-6-甲基苯胺（杂质1）/g/kg  | ≤0.5 |
| 2'-乙基-6'-甲基-N-(2-甲氧基-1-甲基乙基)苯胺（杂质2）/g/kg | ≤2.0 |
| 2'-乙基-6'-甲基-2-氯乙酰苯胺（杂质3）/g/kg | ≤2.0 |
| pH值 | 5.0～8.0 |
| 倾倒性  | 倾倒后残余物/%  | ≤5.0 |
| 洗涤后残余物/%  | ≤0.5 |
| 持久起泡性（1 min后）/mL  | ≤60 |
| 乳液稳定性（稀释200倍）  | 量筒中无乳油（膏），沉油和沉淀析出 |
| 低温稳定性 | 冷储后，离心管底部离析物体积不超过0.3 mL  |
| 热储稳定性 | 热储后，异丙甲草胺的质量分数应不低于储前测得的异丙甲草胺质量分数的95 %，杂质1、杂质2、杂质3、 pH和乳液稳定性仍应符合文件要求 |

1. 试验方法

警示：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。检验结果的判断按 GB/T 8170—2008 中4.3.3进行。

* 1. 取样

按GB/T 1605-2001中5.3.2进行。用随机数表法确定抽样的包装件；最终取样量一般不少于1000 mL。

* 1. 鉴别试验

液相色谱法─本鉴别试验可与异丙甲草胺质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液中某个色谱峰的保留时间与标样溶液中异丙甲草胺的色谱峰的保留时间，其相对差值应在1.5 %之内。

* 1. 外观

目测法。

* 1. 异丙甲草胺质量分数的测定
		1. 方法提要

试样用流动相溶解，以乙腈+磷酸水为流动相，使用以C8为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长235 nm下对试样中的异丙甲草胺进行反相高效液相色谱分离和测定，外标法定量。

* + 1. 试剂和溶液
			1. 乙腈：色谱级。
			2. 异丙甲草胺标样：已知质量分数，ω≥98.0 %。
			3. 磷酸。
			4. 水：新制二次蒸馏水。
		2. 仪器
			1. 高效液相色谱仪：带自动进样器，具有可变波长紫外检测器和色谱工作站。
			2. 色谱数据处理机或工作站。
			3. 色谱柱：150 mm × 4.6 mm(i.d)不锈钢柱，内装C8、5 μm填充物（或等同效果的色谱柱）。
			4. 超声波振荡器。
			5. 微孔过滤器：滤膜孔径0.45 µm。
		3. 液相色谱操作条件
			1. 流动相：*Ψ*[乙腈:水（H3PO4调pH=3）]=55:45，经滤膜过滤，并进行脱气。
			2. 流速：1.0 mL/min。
			3. 柱温：30 ℃。
			4. 检测波长：235 nm。
			5. 进样量：5 μL。
			6. 保留时间：异丙甲草胺7 min。

上述液相色谱操作条件系典型的，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。典型的异丙甲草胺标样溶液和50%异丙甲草胺水乳剂试样溶液高效液相色谱图分别见图1和图2。

标引序号说明：

1 ─异丙甲草胺；

图 1 异丙甲草胺标样溶液液相色谱图

标引序号说明：

1 ─异丙甲草胺；

图 2 50 %异丙甲草胺水乳剂试样溶液液相色谱图

* + 1. 测定步骤
			1. 标样溶液的配制

 称取异丙甲草胺标样约0.05 g(精确至0.0001 g)于50 mL容量瓶中，用流动相溶解并稀释至刻度，超声波振荡2 min使试样溶解，冷却至室温，摇匀。

* + - 1. 试样溶液的配制

 称取约0.1 g的试样(精确至0.0001 g)于50 mL容量瓶中，用流动相溶解并稀释至刻度，超声波振荡2 min使试样溶解，冷却至室温，摇匀。经微孔过滤器过滤，滤液待测。

* + - 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，直至相邻两针异丙甲草胺峰面积相对变化小于1.5 %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的异丙甲草胺峰面积分别进行平均。试样中异丙甲草胺质量分数1(%)按式(1)计算：

  (1)

 式中：

1 ─ 标样溶液中异丙甲草胺峰面积的平均值；

 2 ─ 试样溶液中异丙甲草胺峰面积比的平均值；

 1 ─ 异丙甲草胺标准品的质量，单位为克（g）；

 2 ─ 试样的质量，单位为克（g）；

 ─ 标样中异丙甲草胺的质量分数，单位为百分号（%）；

1 ─ 试样中异丙甲草胺的质量分数，单位为百分号（%）。

* + 1. 允许差

两次平行测定结果之差应不大于0.6 %，取其算术平均值为测定结果。

* 1. 杂质的测定
	2. 方法提要

试样用乙腈溶解，以邻苯二甲酸二甲酯为内标物，以5 %苯甲基硅酮毛细管柱和氢火焰离子化检测器，对试样中的杂质1、杂质2、杂质3进行气相色谱分离和测定，内标法定量。

* 1. 试剂和溶液
1. 乙腈。
2. 杂质1标样：已知质量分数，ω≥98.0 %。
3. 杂质2标样：已知质量分数，ω≥98.0 %。
4. 杂质3标样：已知质量分数，ω≥98.0 %。
5. 内标物：邻苯二甲酸二甲酯，应没有干扰分析的杂质。
6. 内标溶液：称取邻苯二甲酸二甲酯0.1 g，置于500 mL容量瓶中，用乙腈溶解并稀释至刻度，摇匀。
	1. 仪器
7. 气相色谱仪：具氢火焰离子化检测器。
8. 色谱数据处理机或工作站。
9. 色谱柱：30 m×0.32 mm(i.d.)毛细管柱，内壁涂键合5 %苯甲基硅酮，膜厚0.25 μm(或具同等效果的色谱柱)。
	1. 气相色谱操作条件
10. 温度：柱温135 ℃保持7.5 min，以40 ℃/min升温至160 ℃保持4 min，再以40 ℃/min升温至240 ℃保持8 min，气化温度250 ℃，检测器温度250 ℃。
11. 气体流量（mL/min)：氮气（N2）2，氢气（H2）30，空气300，补偿气25。
12. 分流比：20:1。
13. 进样体积（μL）：1.0。
14. 保留时间（min）：杂质1为3.3，内标物为6.7，杂质2为8.0，杂质3为11.0。

上述操作参数是典型的，可根据不同仪器的特点，对给定操作参数作适当调整，以获得最佳效果。典型的杂质标样溶液和50%异丙甲草胺水乳剂试样溶液杂质1、内标物、杂质2、杂质3的气相色谱图分别见图3和图4。

 标引序号说明：

 1-杂质1；2-内标物；

 3-杂质2；4-杂质3。

图3 杂质标样溶液气相色谱图

 标引序号说明：

 1-杂质1；2-内标物；

 3-杂质2；4-杂质3。

图4 50%异丙甲草胺水乳剂试样溶液气相色谱图

* 1. 测定步骤
1. 标样溶液的制备

称取杂质1标样0.07 g (精确至0.0001 g)，杂质2标样0.07 g（精确至0.0001 g)，杂质3标样0.11 g(精确至0.0001 g)，分别置于50 mL容量瓶中，加乙腈溶解并稀释至刻度，摇匀。用移液管移上述杂质1标样溶液1.0 mL、杂质2标样溶液10.0 mL、杂质3标样溶液5.0 mL置于另一50 mL容量瓶中，加乙腈溶解并稀释至刻度，摇匀。移取上述混合标样溶液5.0 mL置于10 mL具塞玻璃瓶中，用移液管加入5.0 mL内标溶液，摇匀。

1. 试样溶液的制备

称取试样0.4 g（精确至0.0001 g）,置于10 mL具塞玻璃瓶中，用与5.6.5.1同一支移液管加入5.0 mL内标溶液，再加入5.0 mL乙腈，摇匀。

1. 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，计算各针标准样品与内标物峰面积之比的重复性，待相邻两针杂质1（杂质2、杂质3）与内标物峰面积之比相对变化小于10%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。

* 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杂质1（杂质2、杂质3）与内标物的峰面积之比，分别进行平均。试样中杂质1（杂质2、杂质3）的质量分数2(g/kg)按式（2）计算：

 ………………………………………………(2)

 式中：

1 ─ 标样溶液中杂质1（杂质2、杂质3）峰面积与内标物峰面积比的平均值；

 2 ─ 试样溶液中杂质1（杂质2、杂质3）峰面积与内标物峰面积比的平均值；

 3 ─ 杂质1（杂质2、杂质3）标样的质量，单位为克（g）；

 4 ─ 试样的质量，单位为克（g）；

 ─ 标样中杂质1（杂质2、杂质3）的质量分数，单位为百分号（%）；

2 ─ 试样中杂质1（杂质2、杂质3）的质量分数，单位为克每千克（g/kg）；

 k ─ 换算系数，杂质1为50、杂质2为5、杂质3为10。

* 1. 允许差

杂质1（杂质2、杂质3）质量分数两次测定的相对差应不大于30 %，取其算术平均值作为测定结果。

* 1. pH值的测定

按GB/T 1601进行。

* 1. 倾倒性的测定

按GB/T 31737进行。

* 1. 持久起泡性的测定

按GB/T 28137 进行。

* 1. 乳液稳定性试验

试样用标准硬水稀释200倍，按GB/T 1603进行。

* 1. 低温稳定性试验

按GB/T 19137-2003中2.1 进行。

* 1. 热储稳定性试验

按GB/T 19136-2021中4.4.1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章技术指标中除杂质1、杂质2、杂质3、低温稳定性和热储稳定性以外的所有项目。

* 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个月进行一次型式检验。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)产品停产后恢复生产时；

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

按第5章检验方法对产品进行出厂检验和型式检验，任一项目不符合指标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，50 %异丙甲草胺水乳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、标签和包装

 50 %异丙甲草胺水乳剂的标志、标签、包装应符合GB 3796的规定。50 %异丙甲草胺水乳剂应用清洁、干燥的HDPE瓶或铝箔袋包装，外包装可用纸箱、瓦楞纸板箱和纸盒，每瓶净含量100 g、250 g、250 mL、500 mL、1 L，每袋净含量10 mL、20 mL、30 mL。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的规定。

* 1. 储运

 50 %异丙甲草胺水乳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。

1.
2.
3. （资料性）
异丙甲草胺的其它名称、结构式和基本物化参数

本产品有效成分异丙甲草胺其它名称、结构式和基本物化参数如下：

 ——ISO通用名称：Metolachlor；

——CAS登记号：51218-45-2；

——CIPAC数字代码：400；

——化学名称：N-（2-乙基-6-甲基苯基）-N-(1-甲基-2-甲氧基乙基)氯乙酰胺；

——结构式：

——分子式：C15H22ClNO2；

——相对分子质量：283.8；

——生物活性：除草；

——沸点：100 ℃（0.1Pa）；

——蒸气压（20 ℃）：1.7 MPa；

——溶解度(25 ℃)：水中为488 mg/L(25 ℃)；易溶于苯、甲苯、乙醇、丙酮，二甲苯、己烷、二甲基甲酰胺、二氯乙烷、环己酮、甲醇、辛醇和二氯甲烷；不溶于乙二醇、丙二醇和石油醚。

 ——稳定性：275 ℃下稳定；在强碱和强酸介质中水解；DT50(预测值)＞200 d(2≤pH≤10)。