

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 4562—2025

噁嗪草酮悬浮剂

Oxaziclomefone suspension concentrate

2025-01-09 发布

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：江苏瑞邦农化股份有限公司、合肥星宇化学有限责任公司、沈阳沈化院测试技术有限公司、吉林金秋农药有限公司。

本文件主要起草人：牛永芳、邱峰、赵国霞、杨冬梅、步康明、叶胜龙。



噁嗪草酮悬浮剂

1 范围

本文件规定了噁嗪草酮悬浮剂的技术要求、检验规则、验收和质量保证期，以及标志、标签、包装、储运；描述了噁嗪草酮悬浮剂的试验方法。

本文件适用于噁嗪草酮悬浮剂产品的质量控制。

注：噁嗪草酮的其他名称、结构式和基本物化参数见附录 A。

2 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—2006 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

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 技术要求

4.1 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。

4.2 技术指标

噁嗪草酮悬浮剂应符合表 1 的要求。

表 1 噁嗪草酮悬浮剂技术指标

项 目	指 标		
	1 %规格	10 %规格	30 %规格
噁嗪草酮质量分数，%	1.0 ^{+0.15} _{-0.15}	10.0 ^{+1.0} _{-1.0}	30.0 ^{+1.5} _{-1.5}
噁嗪草酮质量浓度 ^a （20℃），（g/L）	10.3 ^{+1.5} _{-1.5}	105 ⁺¹⁰ ₋₁₀	330 ⁺¹⁶ ₋₁₆

表 1(续)

项 目		指 标		
		1%规格	10%规格	30%规格
pH		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		
持久起泡性(1 min 后泡沫量),mL		≤60		
湿筛试验(通过 75 μm 标准筛),%		≥98		
低温稳定性		冷储后,悬浮率和湿筛试验应符合本文件要求		
热储稳定性		热储后,噁嗪草酮质量分数应不低于热储前的 95%,pH、悬浮率、倾倒性和湿筛试验应符合本文件的要求		
* 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的要求时,按质量分数的结果判定产品是否合格。				

5 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。

5.1 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。

5.2 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 1 000 mL。

5.3 鉴别试验

液相色谱法——本鉴别试验可与噁嗪草酮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噁嗪草酮色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5%以内。

5.4 外观

采用目测法测定。

5.5 噁嗪草酮质量分数和质量浓度

5.5.1 方法提要

试样用水和甲醇溶解,以甲醇+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 240 nm 下对试样中的噁嗪草酮进行高效液相色谱分离,外标法定量。

5.5.2 试剂和溶液

5.5.2.1 甲醇:色谱级。

5.5.2.2 乙腈:色谱级。

5.5.2.3 水:新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.5.2.4 噁嗪草酮标样:已知噁嗪草酮质量分数, $w \geq 98.0\%$ 。

5.5.3 仪器

5.5.3.1 高效液相色谱仪:具有可变波长紫外检测器。

5.5.3.2 色谱柱:150 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)。

5.5.3.3 过滤器:滤膜孔径约 0.45 μm。

5.5.3.4 超声波清洗器。

5.5.4 液相色谱操作条件

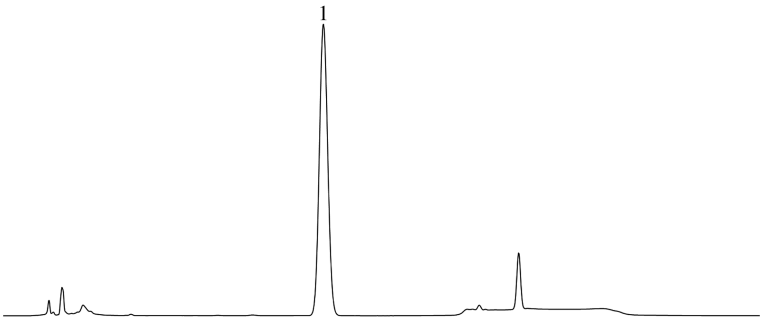
5.5.4.1 流动相 A:甲醇。

- 5.5.4.2 流动相 B:量取 400 mL 乙腈与 250 mL 水混合,摇匀。
- 5.5.4.3 流动相梯度洗脱条件详见表 2。

表 2 流动相梯度洗脱条件

时间 (min)	流速 (mL/min)	$\psi_{\text{(流动相A)}}$ (%)	$\psi_{\text{(流动相B)}}$ (%)
0.0	1.0	35	65
10.0	1.0	35	65
10.1	1.0	80	20
14.0	1.0	80	20
14.1	1.0	35	65
20.0	1.0	35	65

- 5.5.4.4 柱温:室温(温度变化应不大于 2 ℃)。
- 5.5.4.5 检测波长:240 nm。
- 5.5.4.6 进样体积:5 mL。
- 5.5.4.7 保留时间:噁嗪草酮约 8.7 min。
- 5.5.4.8 上述操作参数是典型的,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。典型的噁嗪草酮悬浮剂的高效液相色谱图见图 1。



标引序号说明:
1——噁嗪草酮。

图 1 噁嗪草酮悬浮剂的高效液相色谱图

5.5.5 测定步骤

5.5.5.1 标样溶液的制备

称取 0.05 g(精确至 0.000 1 g)噁嗪草酮标样,置于 100 mL 容量瓶中;加入 80 mL 甲醇超声振荡 5 min使之溶解;冷却至室温,用甲醇稀释至刻度,摇匀。

5.5.5.2 试样溶液的制备

称取含噁嗪草酮 0.05 g(精确至 0.000 1 g)的试样,置于 100 mL 容量瓶中;先加入 6 mL 水摇动分散,再加入 80 mL 甲醇,超声振荡 5 min;冷却至室温,用甲醇稀释至刻度,摇匀,过滤。

5.5.5.3 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,直至相邻两针噁嗪草酮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。

5.5.6 计算

将测得的两针试样溶液及试样前后两针标样溶液中噁嗪草酮峰面积分别进行平均。试样中噁嗪草酮的质量分数按公式(1)计算,质量浓度按公式(2)计算。

$$\omega_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times \omega}{A_1 \times m_2} \dots\dots\dots (1)$$

$$\rho_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times w \times \rho \times 10}{A_1 \times m_2} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

w_1 ——试样中噁嗪草酮质量分数的数值,单位为百分号(%);

A_2 ——试样溶液中,噁嗪草酮峰面积的平均值;

m_1 ——噁嗪草酮标样质量的数值,单位为克(g);

w ——标样中噁嗪草酮质量分数的数值,单位为百分号(%);

A_1 ——标样溶液中,噁嗪草酮峰面积的平均值;

m_2 ——试样的质量的数值,单位为克(g);

ρ_1 ——20℃时试样中噁嗪草酮质量浓度的数值,单位为克每升(g/L);

ρ ——20℃时试样密度的数值,按 GB/T 32776—2016 中 3.3 或 3.4 的规定进行测定,单位为克每毫升(g/mL)。

5.5.7 允许差

噁嗪草酮质量分数 2 次平行测定结果之差,1%规格应不大于 0.1%,10%规格应不大于 0.3%,30%规格应不大于 0.5%。分别取其算术平均值作为测定结果。

5.6 pH

按 GB/T 1601 的规定执行。

5.7 悬浮率

5.7.1 测定

按 GB/T 14825—2006 中 4.2 的规定执行。1%规格噁嗪草酮悬浮剂称取 3.0 g(精确至 0.000 1 g)试样,10%规格和 30%规格噁嗪草酮悬浮剂称取 1.0 g(精确至 0.000 1 g)试样。将量筒内剩余的 25 mL 悬浮液及沉淀全部转移至 100 mL 容量瓶中;用 50 mL 甲醇分 3 次洗涤量筒底,洗涤液并入容量瓶;超声振荡 5 min,冷却至室温;用甲醇稀释至刻度,摇匀,过滤。按 5.5 测定噁嗪草酮的质量,计算悬浮率。

5.7.2 计算

悬浮率按公式(3)计算。

$$w_2 = \left(1 - \frac{A_4 \times m_2 \times w}{m_4 \times w_1 \times A_3} \right) \times \frac{10}{9} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

w_2 ——悬浮率的数值,单位为百分号(%);

m_4 ——试样质量的数值,单位为克(g);

w_1 ——试样中噁嗪草酮质量分数的数值,单位为百分号(%);

A_4 ——试样溶液中,噁嗪草酮峰面积的平均值;

m_3 ——噁嗪草酮标样质量的数值,单位为克(g);

w ——标样中噁嗪草酮质量分数的数值,单位为百分号(%);

A_3 ——标样溶液中,噁嗪草酮峰面积的平均值。

5.8 倾倒性

按 GB/T 31737 的规定执行。

5.9 持久起泡性

按 GB/T 28137 的规定执行。

5.10 湿筛试验

按 GB/T 16150—1995 中 2.2 的规定执行。

5.11 低温稳定性

按 GB/T 19137—2003 中 2.2 的规定执行。

5.12 热储稳定性

按 GB/T 19136—2021 中 4.4.1 的规定执行。热储前后质量变化率应不大于 1.0%。

6 检验规则

6.1 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、噁嗪草酮质量分数、噁嗪草酮质量浓度、pH、悬浮率、倾倒性、持久起泡性、湿筛试验。

6.2 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。

6.3 判定规则

按 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 的规定执行判定检验结果是否符合本文件的要求。

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。

7 验收和质量保证期

7.1 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

7.2 质量保证期

在 8.2 的储运条件下,噁嗪草酮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的要求。

8 标志、标签、包装、储运

8.1 标志、标签、包装

噁嗪草酮悬浮剂的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定。

噁嗪草酮悬浮剂的包装应采用清洁、干燥的塑料桶,或采用清洁、干燥的聚酯瓶外用瓦楞纸箱包装;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。

8.2 储运

噁嗪草酮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)

噁草酮其他名称、结构式和基本物化参数

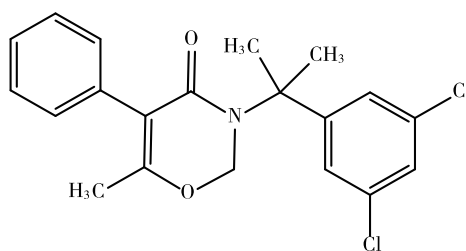
噁草酮的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——ISO 通用名称：Oxaziclomefone；

——CAS 登录号：153197-14-9；

——化学名称：3-[1-(3,5-二氯苯基)-1-甲基乙基]-3,4-二氢-6-甲基-5-苯基-2H-1,3-噁嗪-4-酮；

——结构式：



——分子式： $C_{20}H_{19}Cl_2NO_2$ ；

——相对分子质量：376.3；

——生物活性：除草；

——熔点：149.5℃～150.5℃；

——蒸气压(50℃)：小于 0.0133 mPa；

——溶解度(20℃～25℃)：水中 0.18 mg/L；

——稳定性： DT_{50} 30 d～60 d(50℃)。
