

ICS 65.100
CCS G 25

NY

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 4415—2023

单氰胺可溶液剂

Cyanamide soluble concentrate

2023-12-22 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：浙江泰达作物科技有限公司、浙江龙游东方阿纳萨克作物科技有限公司、安徽美兰农业发展股份有限公司、沈阳沈化院测试技术有限公司。

本文件主要起草人：尹秀娥、梁亚杰、李云华、龚国华、郝树林、潘文轩、郑芬、乔宗财。



单氰胺可溶液剂

1 范围

本文件规定了单氰胺可溶液剂的技术要求、试验方法、检验规则、验收和质量保证期,以及标志、标签、包装和储运。

本文件适用于单氰胺可溶液剂产品的质量控制。

注:单氰胺和双氰胺的其他名称、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 农药悬浮率测定方法

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 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

透明液体,无可见悬浮物和沉淀。

4.2 技术指标

单氰胺可溶液剂应符合表 1 的要求。

表 1 单氰胺可溶液剂技术指标

| 项 目 | 指 标 |
|----------------------------|--------------------------------------|
| 单氰胺质量分数, % | 50.0 ^{+2.5} _{-2.5} |
| 单氰胺质量浓度 ^a , g/L | 537 ⁺²⁵ ₋₂₅ |
| 双氰胺质量分数, % | ≤2.5 |
| pH | 4.0~7.0 |
| 稀释稳定性(稀释 20 倍) | 稀释液均一,无析出物质 |
| 持久起泡性(1 min 后泡沫量), mL | ≤40 |

表 1 (续)

| 项 目 | 指 标 |
|---|------------------------|
| 低温稳定性 | 储后离心管底部析出物体积不大于 0.3 mL |
| 热储稳定性 | 热储后,pH 和稀释稳定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的要求时,按质量分类的结果判定产品是否合格。 | |

5 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。

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 200 mL。

5.3 鉴别试验

本鉴别试验可与单氰胺质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中某色谱峰的保留时间与单氰胺标样溶液中单氰胺的色谱峰的保留时间,其相对差应在 1.5% 以内。

5.4 外观的测定

采用目测法测定。

5.5 单氰胺(双氰胺)质量分数的测定

5.5.1 方法提要

试样用水溶解,以磷酸二氢钾水溶液为流动相,使用内装亲水性 AQ C₁₈ 为填料的不锈钢柱和紫外检测器(205 nm),对试样中的单氰胺(双氰胺)进行反相高效液相色谱分离,外标法定量。

5.5.2 试剂和溶液

5.5.2.1 磷酸二氢钾。

5.5.2.2 水:新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.5.2.3 单氰胺标样:已知单氰胺质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

5.5.2.4 双氰胺标样:已知双氰胺质量分数, $\omega \geq 98.0\%$ 。

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:250 mm×4.6 mm(内径)不锈钢柱,内装亲水性 AQ C₁₈、5 μm 填充物(或具有同等效果的色谱柱)。

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。

5.5.3.5 水浴锅。

5.5.4 高效液相色谱操作条件

5.5.4.1 流动相:称取 1.36 g 磷酸二氢钾,溶解于 1 000 mL 超纯水中,用过滤器过滤流动相,超声脱气。

5.5.4.2 流速:0.7 mL/min。

5.5.4.3 柱温:室温(温度变化应不大于 2 °C)。

5.5.4.4 检测波长:205 nm。

5.5.4.5 进样体积:5 μL。

5.5.4.6 保留时间:单氰胺约 4.9 min,双氰胺约 6.1 min。

5.5.4.7 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。典型的单氰胺可溶液剂的高效液相色谱图见图 1。

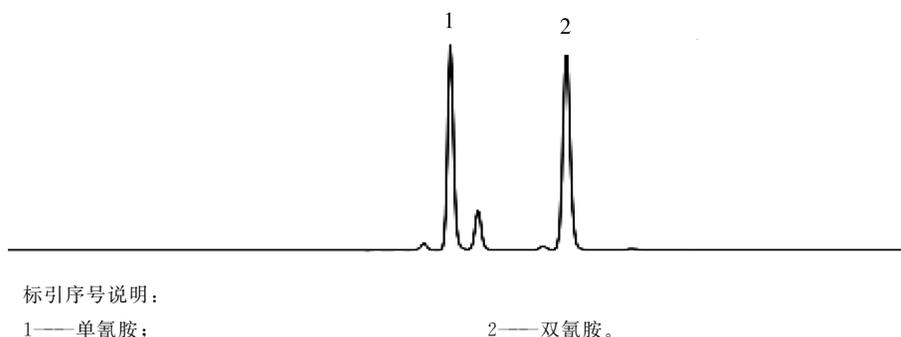


图 1 单氰胺可溶液剂的高效液相色谱图

5.5.5 测定步骤

5.5.5.1 标样溶液的制备

5.5.5.1.1 单氰胺标样溶液的制备

将单氰胺标样置于(50±2)℃水浴至完全融化,迅速称取 0.1 g(精确至 0.000 1 g)单氰胺标样,置于 50 mL 容量瓶中,用水溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.5.5.1.2 双氰胺标样溶液的制备

称取 0.05 g(精确至 0.000 1 g)双氰胺标样,置于 50 mL 容量瓶中,加入 40 mL 水,超声振荡 2 min,冷却至室温后用水稀释至刻度,摇匀。再用移液管移取 1 mL 上述溶液,置于 10 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.5.5.2 试样溶液的制备

称取 0.2 g(精确至 0.000 1 g)试样,置于 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.5.5.3 测定

在上述操作条件下,待仪器稳定后,连续注入数针单氰胺标样溶液,直至相邻两针单氰胺峰面积相对变化小于 1.2%后,按照单氰胺标样溶液、双氰胺标样溶液、试样溶液、试样溶液、单氰胺标样溶液、双氰胺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以及试样前后两针标样溶液中单氰胺(双氰胺)峰面积分别进行平均,试样中单氰胺的质量分数按公式(1)计算,双氰胺质量分数按公式(2)计算,单氰胺的质量浓度按公式(3)计算。

$$\omega_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times \omega_{b1}}{A_1 \times m_2} \dots\dots\dots (1)$$

$$\omega_2 = \frac{A_4 \times m_3 \times \omega_{b2}}{A_3 \times m_2 \times n} \dots\dots\dots (2)$$

$$\rho_1 = \omega_1 \times \rho \times 10 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- ω_1 —— 试样中单氰胺质量分数的数值,单位为百分号(%);
- A_2 —— 试样溶液中,单氰胺峰面积的平均值;
- m_1 —— 单氰胺标样质量的数值,单位为克(g);
- ω_{b1} —— 标样中单氰胺质量分数的数值,单位为百分号(%),
- A_1 —— 标样溶液中,单氰胺峰面积的平均值;
- m_2 —— 试样质量的数值,单位为克(g);
- ω_2 —— 试样中双氰胺质量分数的数值,单位为百分号(%);
- A_4 —— 试样溶液中,双氰胺峰面积的平均值;

- m_3 ——双氰胺标样质量的数值,单位为克(g);
- ω_{b2} ——标样中双氰胺质量分数的数值,单位为百分号(%);
- A_3 ——标样溶液中,双氰胺峰面积的平均值;
- n ——稀释倍数,数值为10;
- ρ_1 ——20℃时试样中单氰胺质量浓度的数值,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 3.2 的规定执行)。

5.5.7 允许差

单氰胺质量分数 2 次平行测定结果之差应不大于 0.5%,双氰胺质量分数 2 次平行测定结果之差应不大于 0.05%,分别取其算术平均值作为测定结果。

5.6 pH 的测定

按 GB/T 1601 的规定执行。

5.7 稀释稳定性试验

5.7.1 试剂与仪器

5.7.1.1 标准硬水: $\rho(\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}) = 342 \text{ mg/L}$,按 GB/T 14825 的规定配制。

5.7.1.2 量筒:100 mL。

5.7.1.3 恒温水浴:(30 ± 2)℃。

5.7.2 测定

用移液管吸取 5 mL 试样,置于 100 mL 量筒中,加标准硬水稀释至刻度,混匀,将此量筒放入(30 ± 2)℃的恒温水浴中,静置 1 h。

5.8 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 的规定执行。

5.9 低温稳定性试验

按 GB/T 19137—2003 中 2.1 的规定执行。

5.10 热储稳定性试验

按 GB/T 19136—2021 中 4.4.1 的规定执行,储存温度为(35 ± 2)℃,储存 12 周。热储前后质量变化应不大于 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 章技术要求中外观、单氰胺质量分数、单氰胺质量浓度、单氰胺质量分数、pH、稀释稳定性、持久起泡性。

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:

- 原料有较大改变,可能影响产品质量时;
- 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;
- 停产后又恢复生产时;
- 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 判定检验结果是否符合本文件的要求。

按第 5 章的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 的要求。

7.2 质量保证期

在 8.2 的储运条件下,单氰胺可溶液剂的质量保证期从生产日期算起为 1 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

单氰胺可溶液剂的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的要求。

单氰胺可溶液剂的包装采用清洁、干燥的塑料瓶或聚酯瓶包装,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,但需符合 GB 3796 的要求。

8.2 储运

单氰胺可溶液剂包装件应储存在通风、干燥的库房中;储运时,温度应不超过 20 ℃,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)

单氰胺、双氰胺的其他名称、结构式和基本物化参数

单氰胺、双氰胺的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

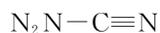
a) 单氰胺

——ISO 通用名称:Cyanamide;

——CAS 登录号:[420-04-2];

——化学名称:氨基氰;

——结构式:



——分子式: CH_2N_2 ;

——相对分子质量:42.04;

——生物活性:植物生长调节剂;

——熔点: $45\text{ }^\circ\text{C}\sim 46\text{ }^\circ\text{C}$;

——蒸气压($20\text{ }^\circ\text{C}$):500 mPa;

——溶解度($20\text{ }^\circ\text{C}$):水中溶解度为 850 g/L(pH 4),大于 850 g/L(pH 7、pH 9)。溶于通常的有机溶剂;

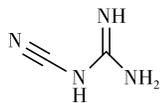
——稳定性:单氰胺很不稳定,易发生加成、取代、缩合等反应。

b) 双氰胺

——CAS 登录号:[461-58-5];

——化学名称:二氰二氨;

——结构式:



——分子式: $\text{C}_2\text{H}_4\text{N}_4$;

——相对分子质量:84.08。