



Q/370783SDH

山东德浩化学有限公司企业标准

Q/370783 068-2019

34%二甲戊灵·丙炔氟草胺乳油

2019-02-13 发布

2019-03-13 实施

山东科德浩化学有限公司 发布



前 言

本标准附录 A 为资料性的附录。

本标准由山东德浩化学化工有限公司提出。

本标准起草单位：山东德浩化学化工有限公司。

本标准主要起草人：刘静、顾敦刚。

本标准首次发布日期：2019 年 02 月。

企业标准信息公共服务平台
2021年04月16日 13点56分
该标准已于2021年04月16日 14点09分废止

企业标准信息公共服务平台
公开
2021年04月16日 13点56分
该标准已于2021年04月16日 14点09分废止



34%二甲戊灵·丙炔氟草胺乳油

该产品有效成分的其它名称、结构式和基本物化参数如下：

a)二甲戊灵

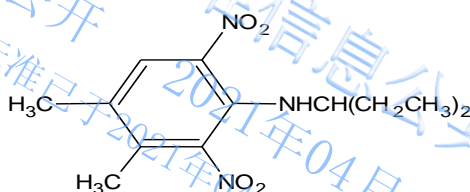
ISO 通用名称：Pendimethalin

商品名称：除草通、施田补 (Stomp 330E)、胺硝草、菜草通

CIPAC 数字代号：357

化学名称：N-(1-乙基丙基)-2,6-二硝基-3,4-二甲基苯胺

结构式：



实验式：C₁₄H₂₀O₄

相对分子质量(按 1997 年国际相对原子质量计)：281.3

生物活性：除草

熔点：54~58℃

蒸气压 (25℃)：4.0mPa

溶解度 (g/L, 25℃)：水中 3.98×10⁻⁴，丙酮中 700，玉米油中 148，异丙醇中 77，二甲苯中 628

稳定性：对酸、碱稳定

b)丙炔氟草胺

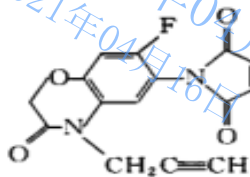
中文名称：丙炔氟草胺

英文名称：Flumioxazin

CAS 号：103361-09-7

化学名称：N-(7-氟-3,4-二氢-3-氧-(2-丙炔基)-2-H-1,4-苯并恶嗪-6-基)环己-1-烯-1,2-二羧酰亚胺

结构式：



实验式：C₁₉H₁₅FN₂O₄

相对分子质量(按 2012 年国际相对原子质量计)：354.3

熔点 (℃)：201~204

蒸气压 (Pa, 25℃)：3.21×10⁻⁴

溶解度 (25℃)：水中溶解度为 1.79mg/L，醋酸 17.8g/L，甲醇 1.56g/L

稳定性：正常情况下贮存稳定

1 范围

本标准规定了 34%二甲戊灵·丙炔氟草胺乳油的要求、试验方法及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由二甲戊灵原药、丙炔氟草胺原药与乳化剂溶解在适宜的溶剂中配制而成的 34%二



甲戊灵·丙炔氟草胺乳油。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T601-2002 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 1600-2001 农药水分测定方法

GB/T1601 农药 PH 值测定方法

GB/T1603 农药乳液稳定性测定方法

GB/T1604 商品农药验收规则

GB/T1605 商品农药采样方法

GB3796 农药包装通则

GB4838 农药乳油包装

GB/T 19136-2003 农药热贮稳定性测定方法

GB/T 19137-2003 农药低温稳定性测定方法

3 要求

3.1 **组成和外观：**本品是由符合标准的二甲戊灵原药、丙炔氟草胺与乳化剂溶解在适宜的溶剂中配制而成的，应为黄棕色均相液体，无可见的悬浮物和沉淀。

3.2 34%二甲戊灵·丙炔氟草胺乳油应符合表 1 要求。

表 1 34%二甲戊灵·丙炔氟草胺乳油控制项目指标

项 目	指 标
二甲戊灵质量分数，%	31.0±1.5
丙炔氟草胺质量分数，%	3.0±0.3
持久起泡性（1min 后）， mL	≤ 60
水分，%	≤ 0.5
pH 值范围	4.0~8.0
乳液稳定性（稀释 200 倍）	合格
低温稳定性 ^a	合格
热贮稳定性 ^b	合格
^{a、b} 低温稳定性和热贮稳定性试验，每三个月至少进行一次。	

4 试验方法

4.1 抽样

按照 GB/T 1605-2001 中 5.3.2 “液体制剂采样”方法进行。用随机数表法确定抽样的包装件，最终抽样量不小于 200mL。

4.2 鉴别试验

4.2.1 二甲戊乐灵鉴别试验

本鉴别试验可与二甲戊乐灵质量分数的测定同时进行，在相同的色谱操作条件下，试样溶液某一色谱峰的保留时间与标样溶液中二甲戊乐灵色谱峰的保留时间，其相对差值应在 1.5% 以内。

4.2.2 丙炔氟草胺鉴别试验

本鉴别试验可与丙炔氟草胺质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液某一色谱峰的保留时间与标样溶液中丙炔氟草胺色谱峰的保留时间，其相对差值应在 1.5% 以内。

4.3 二甲戊灵质量分数的测定

4.3.1 方法提要



试样用三氯甲烷溶解,以邻苯二甲酸二戊酯为内标物,使用 HP-5 石英毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的二甲戊灵进行气相色谱分离和测定。

4.3.2 试剂和溶液

三氯甲烷:分析纯;

二甲戊灵标样:已知其质量分数,≥99.0%;

内标物:邻苯二甲酸二戊酯,应不含有干扰分析的杂质;

内标溶液:准确称取 8g 内标物(精确至 0.0002g)于 1000ml 容量瓶中,用三氯甲烷稀释至刻度,摇匀备用。

4.3.3 仪器

气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器;

色谱数据处理机;

色谱柱:30m×0.32mm(i.d.)石英毛细管柱,内壁涂(5%-苯基)-甲基聚硅氧烷,壁厚 0.25um;

进样器:10μL。

4.3.4 气相色谱操作条件

温度(°C):柱室 200,气化室 250,检测器室 250;

气体流量(mL/min):载气(N₂) 2,氢气 30,空气 400;

分流比:30:1

保留时间(min):二甲戊灵 6.46,内标物 8.21;

上述操作参数是典型的,可根据仪器的不同特点对操作参数作适当调整,以期获得最佳效果。典型气相色谱图见附录 A。

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液的配制

准确称取二甲戊灵标样 0.10g(精确至 0.0002g)置于 25mL 具塞容量瓶中,用移液管准确移入 10mL 内标物溶液,摇匀。

4.3.5.2 试样溶液的配制

准确称取试样 0.3g(精确至 0.0002g),置于 25mL 具塞容量瓶中,用移液管准确移入 10mL 内标物溶液,摇匀。

4.3.5.3 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,计算各针相对响应值的重复性,待相邻两针的相对响应值变化小于 1.0%,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。

4.3.6 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二甲戊灵与内标物峰面积之比,分别进行平均。二甲戊灵质量分数 X_1 (%)按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot p}{r_1 \cdot m_2} \dots \dots \dots (1)$$

式中:

r_1 —标样溶液中,二甲戊灵与内标物峰面积比的平均值;

r_2 —试样溶液中,二甲戊灵与内标物峰面积比的平均值;

m_1 —二甲戊灵标样的质量, g;

m_2 —试样的质量, g;

p —标样中二甲戊灵的质量分数, %。

4.3.7 允许差



两次平行测定结果的相对偏差，应不大于 1.5%。

4.4 丙炔氟草胺质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+水+冰乙酸为流动相，使用 C₁₈VP-ODS 不锈钢柱和可变波长紫外检测器，对试样中丙炔氟草胺进行液相色谱分离和测定。

4.4.2 试剂和溶液

乙腈：色谱纯；

水：二次蒸馏水；

冰乙酸：分析纯；

丙炔氟草胺标样：已知准确质量分数，≥99.0%。

4.4.3 仪器

液相色谱仪：带可调波长紫外检测器；

色谱柱：250mm×4.6mm (i.d.) 不锈钢柱，内填 C₁₈VP-ODS 填充物；

检测器：可变波长紫外检测器；

进样器：10μL。

4.4.4 液相色谱操作条件

流动相：ψ (乙腈+水+冰乙酸) = 65:35:0.3；

波长：254nm；

柱温：室温±2℃；

流速：1.0mL/min；

进样量：10μL；

保留时间 (min)：丙炔氟草胺 4.76。

上述操作参数是典型的，可根据不同仪器特点，对给定操作参数作适当调整，以期获得最佳效果。典型液相色谱图见附录 B。

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的配制

称取 0.03g (精确至 0.0002g) 丙炔氟草胺标样于 50mL 容量瓶中，用流动相溶解，稀释至刻度，摇匀备用。

4.4.5.2 试样溶液的配制

称取含丙炔氟草胺 1.0g (精确至 0.0002g) 的试样于 50mL 容量瓶中，用流动相溶解，稀释至刻度，摇匀备用。

4.4.5.3 测定

在上述色谱条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，待相邻两针丙炔氟草胺峰面积相对变化小于 1.5% 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。

4.4.6 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的丙炔氟草胺的峰面积分别进行平均，丙炔氟草胺质量分数 X₁ (%)，按式 (2) 计算：

$$X_1 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot p}{A_1 \cdot m_2} \dots \dots \dots (2)$$

式中：

A₁—标样溶液中丙炔氟草胺峰面积平均值；

A₂—试样溶液中丙炔氟草胺峰面积平均值；

m₁—丙炔氟草胺标样的质量，g；



m_2 —试样的质量， g；

P —丙炔氟草胺标样的质量分数， %；

4.4.7 允许差

两次平行测定结果之差，应不大于 0.3%。

4.5 水分的测定

按 GB/T 1600-2001 中 2.1 的“卡尔·费休法”进行。允许使用精度相当的微量水分测定仪测定。

4.6 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行测定。

4.7 持久起泡性

按 GB/T 28137 进行。

4.8 乳液稳定性试验

试样用标准硬水稀释 200 倍，按照 GB/T 1603 进行试验，上无浮油、下无沉油或沉淀为合格。

4.9 低温稳定性试验

按 GB/T 19137-2003 中的 2.1 进行。析出物不超过 0.3mL 为合格。

4.10 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136-2003 中的 2.1 进行。有效成份二甲戊灵（丙炔氟草胺）分解率不大于 5%，pH 值、乳液稳定性符合标准要求，则为合格。

4.11 产品的检验与验收

应符合 GB/T 1604 的有关规定，极限数值处理，采用修约值比较法。

5 标志、标签、包装和贮运

5.1 34%二甲戊灵·丙炔氟草胺乳油的标志、标签和包装，应符合 GB 3796 中的有关规定，并应有生产批准证号和农药登记证号、产品标准号和商标。

5.2 34%二甲戊灵·丙炔氟草胺乳油可采用聚酯瓶包装，规格为 200ml。根据用户要求或订货协议，可以采用其他形式的包装，但要符合 GB 4838 中的有关规定。

5.3 包装件应贮存在通风、干燥的库房中，堆码方式应符合安全、搬运方便。

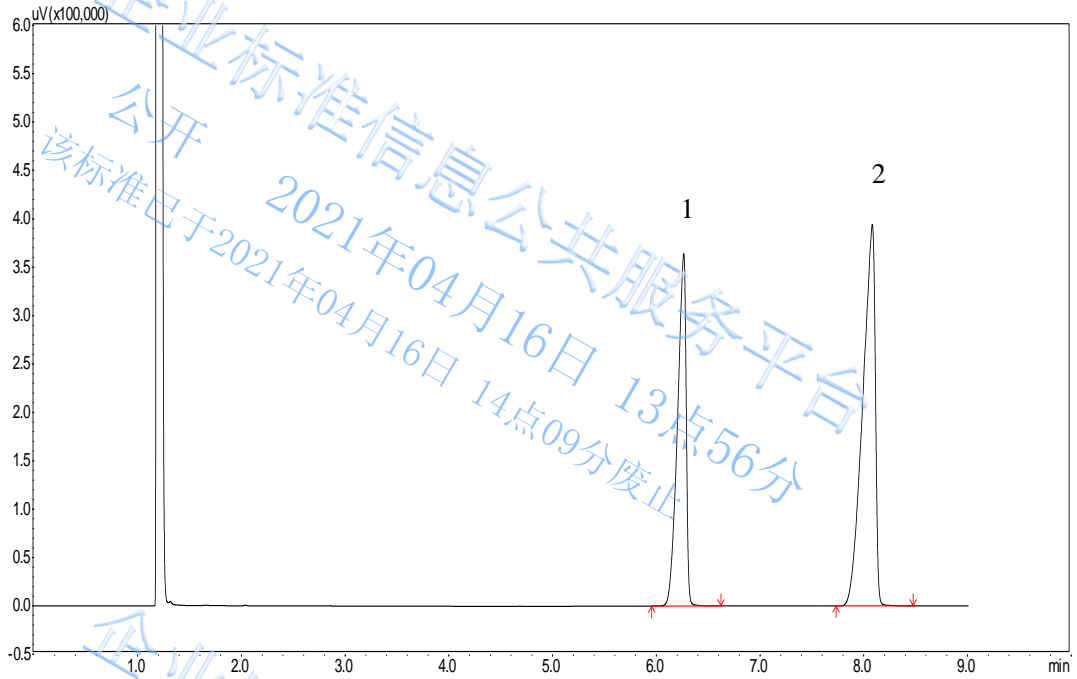
5.4 贮运时，严防潮湿和热晒，不得与食物、种子、饲料混放，避免与皮肤、眼睛接触，防止由口鼻吸入。

5.5 **安全：**在使用说明书和包装容器上，除有醒目的毒性标志外，还应有毒性说明、中毒症状、解毒方法和急救措施。使用注意事项。和皮肤接触后，要用肥皂水清洗干净；误入眼睛，用清水清洗；万一误服，应饮催吐剂，并及时送医院治疗。

5.6 **保证期：**在规定的贮运条件下，34%二甲戊灵·丙炔氟草胺乳油的保证期，从生产日期算起为 2 年。



附录 A
(资料性附录)
色谱图



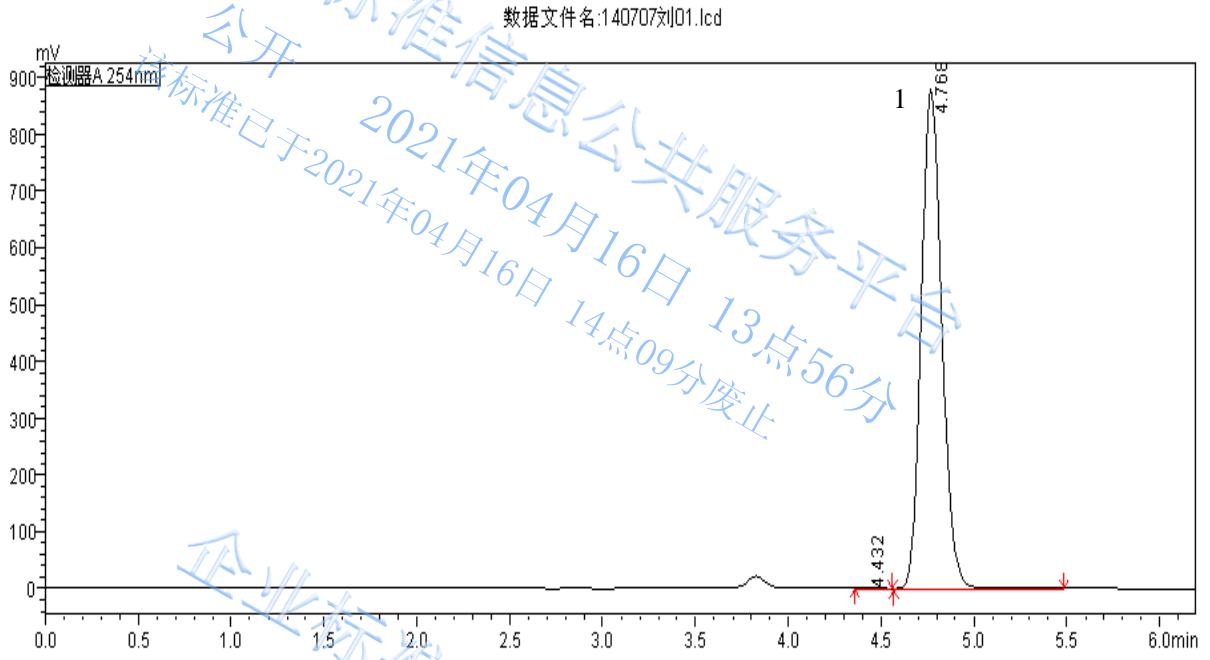
1-二甲戊灵

2-邻苯二甲酸二戊酯

图A 二甲戊灵质量分数的测定色谱图



附录 B
(资料性附录)
色谱图



1—丙炔氟草胺峰

图 B 丙炔氟草胺质量分数的测定色谱图