



Q/DMK

辽宁省丹东明珠科技有限公司企业标准

Q/DMK 02 40-2020

代替Q/ADN 02 40-2018

企业标准信息公共服务平台
公开
2020年12月07日 13点29分

27%硝·烟·莠去津 可分散油悬浮剂

27% Mesotrione · Nicosulfuron · Atrazine OD

企业标准信息公共服务平台
公开
2020年12月07日 13点29分

2020- 11 - 07 发布

2020 - 12- 07 实施

辽宁省丹东明珠科技有限公司 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。

本文件代替 Q/ADN 02 40-2018《27%硝·烟·莠去津可分散油悬浮剂》，与 Q/ADN 02 40-2018《27%硝·烟·莠去津可分散油悬浮剂》相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

--更改了 GB/T 1.1-2009《标准化工作导则第1部分：文件的结构和编写》，修订为 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》

--更改了文件编号“Q/ADN”，修订为“Q/DMK”。

--更改了本文件由“丹东市农药总厂标准化委员会归口”，修订为本文件由“丹东明珠科技有限公司标准化委员会归口”

--更改了本文件起草单位：“丹东市农药总厂质检中心”，修订为本文件起草单位：“丹东明珠科技有限公司质检中心”。

--增加了章3.术语和定义。

--增加了尚未识别出文件涉及专利的说明，“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这些专利的责任。”

--删除了本文件由“丹东市农药总厂提出”。

“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这些专利的责任。”

本文件由丹东明珠科技有限公司标准化委员会归口。

本文件起草单位：丹东明珠科技有限公司质检中心。

本文件主要起草人：辛延馨、任福英、王英杰。

本文件于2018年首次发布，本次为第二次修订。

公开
2020年12月07日 13点29分
丹东明珠科技有限公司信息公共服务平台



27%硝·烟·莠去津可分散油悬浮剂

1 范围

本标准规定了27%硝·烟·莠去津可分散油悬浮剂的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运、安全和质量保证期。

本标准适用于本厂生产的由符合标准的烟嘧磺隆原药、硝磺草酮原药、莠去津原药、适宜的助剂和填料加工而成的27%硝·烟·莠去津可分散油悬浮剂。

注：烟嘧磺隆、硝磺草酮和莠去津的其他名称、结构式和基本物化参数参见附录A。

2 规范性引用文件

下列文件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 1600-2001	农药水分测定方法
GB/T 1601-93	农药pH值的测定方法
GB/T 1604-1995	商品农药验收规则
GB/T 1605-2001	商品农药采样方法
GB 3796-2006	农药包装通则
GB/T 6682-2008	分析实验室用水规格和实验方法（ISO 3696:1987，MOD）
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 19136-2003	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
GB/T 28137-2011	农药持久起泡性测定方法
GB/T 31737-2015	农药倾倒性测定方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 要求

4.1 组成和外观：

本品应由符合标准的烟嘧磺隆原药、硝磺草酮原药、莠去津原药、适宜的助剂和填料加工制成，外观应是可流动、易测量体积的乳白色悬浮液体，无刺激性气味；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

27%硝·烟·莠去津可分散油悬浮剂应符合表 1 要求。

表 1 27%硝·烟·莠去津可分散油悬浮剂控制项目指标

项 目		指 标
烟嘧磺隆质量分数, %		2.0±0.3
硝磺草酮质量分数, %		5.0±0.5
莠去津质量分数, %		20.0±1.2
水分, %		≤ 1.0
pH值范围		3.0-6.0
倾倒性	倾倒后残余物, %	≤ 5.0
	洗涤后残余物, %	≤ 0.5
分散稳定性		合格
湿筛试验 (通过75 μm试验筛), %		≥ 98
持久起泡性 (1 min后), mL		≤ 25
低温稳定性 ^a		合格
热储稳定性 ^a		合格
^a 正常生产时, 低温及热储稳定性试验每三个月至少测定一次。		

5 试验方法

安全提示: 使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准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, 并保证符合国家有关法规的规定。

5.1 一般规定

本标准所用试剂和水在没有注明其他要求时, 均指分析纯试剂和 GB/T 6682-2008中规定的三级水。检验结果的判定按 GB/T 8170-2008中的4.3.3进行。

5.2 抽样

按照 GB/T 1605-2001 中“液体制剂采样”方法进行, 用随机数表法确定抽样的包装件, 最终抽样量应不少于 600mL。

5.3 鉴别试验

高效液相色谱法——本鉴别试验可与烟嘧磺隆、硝磺草酮、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, 试样溶液中色谱主峰的保留时间与标样溶液中烟嘧磺隆、硝磺草酮、莠去津色谱峰的保留时间, 其相对差值应在1.5%以内。



5.4 烟嘧磺隆、硝磺草酮、莠去津质量分数的测定

5.4.1 方法提要

试样经甲醇溶解，以甲醇+水（冰乙酸调 pH 值 3）为流动相，使用以 C₁₈ 为填料的不锈钢柱和二极阵列检测器，在波长 220 nm 下对试样中的烟嘧磺隆、硝磺草酮、莠去津进行反相高效液相色谱分离，以外标法定量。

5.4.2 试剂和溶液

- 乙腈：色谱纯
- 甲醇：分析纯
- 冰乙酸：分析纯
- 水：新蒸二次蒸馏水；
- 氨水溶液：（氨水：水）=1：300；
- 乙腈氨水溶液：（乙腈：氨水溶液）=50：50；
- 烟嘧磺隆标样：已知质量分数，≥99.0%；
- 硝磺草酮标样：已知质量分数，≥98.7%；
- 莠去津标样：已知质量分数，≥98.1%。

5.4.3 仪器

- 高效液相色谱仪：具有二极阵列检测器；
- 色谱工作站；
- 色谱柱：250 mm×4.6 mm (i.d.) 不锈钢柱，内填 Welch C₁₈ 填充物，粒径 5 μm (或具同等效果的色谱柱)；
- 过滤器：滤膜孔径约 0.22 μm；
- 定量进样管：20 μL；
- 超声波清洗器。

5.4.4 高效液相色谱操作条件

- 流动相：甲醇+水=50+50 (V+V)，冰乙酸调 pH=3，经滤膜过滤，并进行脱气；
- 柱温：30℃；
- 流速：1.2 mL/min；
- 检测波长：220 nm；
- 进样量：20 μL；
- 保留时间：硝磺草酮约 7.7 min；烟嘧磺隆约 10.2 min；莠去津约 18.5 min。

上述操作参数是典型的，可根据不同仪器的特点，对给定的参数作适当调整以期获得最佳效果。

典型高效液相色谱图见图1和图2。

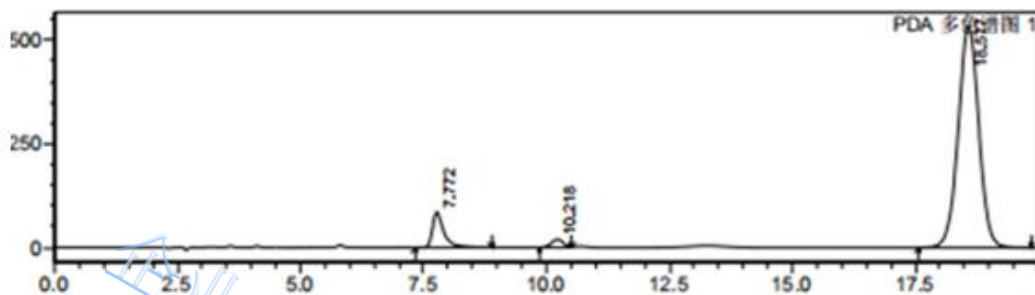


图1 烟嘧磺隆、硝磺草酮和莠去津标样色谱图

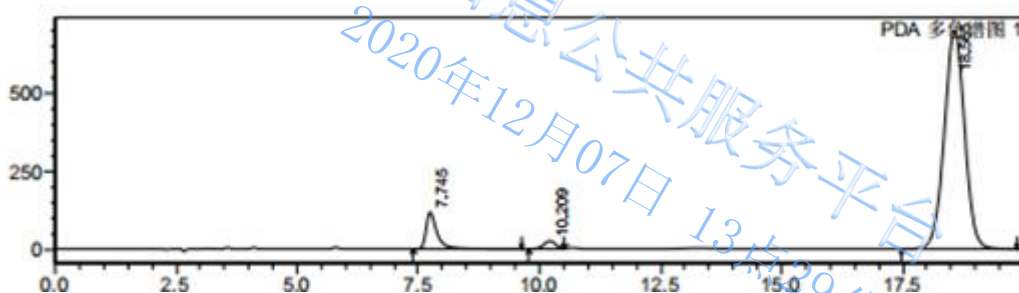


图2 27%烟嘧磺隆·硝磺草酮·莠去津可分散油悬浮剂样品的色谱图

5.4.5 测定步骤

5.4.5.1 标样溶液的制备

称取烟嘧磺隆标样0.2 g（精确至0.0002 g）于50 mL容量瓶中，用乙腈氨水溶液定容，再用超声波振荡5min使其充分溶解，冷却至室温备用（溶液 I）。

称取硝磺草酮0.05 g（精确至0.0002 g）、莠去津0.2 g（精确至0.0002 g）于50 mL容量瓶中，用移液管移取5 mL溶液 I 于该容量瓶中，用甲醇定容，再用超声波振荡5min使其充分溶解，冷却至室温（溶液 II）。移取溶液 II 1 mL于25 mL容量瓶，流动相定容，超声波振荡5min后冷却至室温。

5.4.5.2 试样溶液的制备

称取1.0 g（精确至0.0002 g）试样于50 mL容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，再用超声波振荡5 min使其充分溶解，冷却至刻度，摇匀；用移液管移取上述溶液1 mL于25 mL容量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀过滤备用。

5.4.5.3 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，直至相邻两针烟嘧磺隆、硝磺草酮和莠去津的峰面积响应值相对变化小于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。



5.4.6 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烟嘧磺隆（硝磺草酮、莠去津）峰面积分别进行平均。试样中烟嘧磺隆（硝磺草酮、莠去津）的质量分数 W_1 （%）按式（1）计算。

$$W_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times W}{A_1 \times m_2 \times k} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

- A_2 ---两针试样溶液中烟嘧磺隆（硝磺草酮、莠去津）面积的平均值；
- m_1 ---烟嘧磺隆（硝磺草酮、莠去津）标样的质量，g；
- W ---烟嘧磺隆（硝磺草酮、莠去津）标样的质量分数，%；
- A_1 ---两针标样溶液中烟嘧磺隆（硝磺草酮、莠去津）峰面积的平均值；
- m_2 ---试样的质量，g；
- K ---稀释倍数，计算硝磺草酮、莠去津质量分数 $K=1$ ，计算烟嘧磺隆质量分数时 $K=10$ 。

5.4.7 允许差

两次平行测定结果之相对差，硝磺草酮应不大于10%，烟嘧磺隆应不大于10%，莠去津应不大于10%，取其算数平均值，作为测定结果。

5.5 水分的测定

按GB/T 1600-2001中“卡尔·费休法”进行

5.6 pH的测定

按GB/T 1601-93进行。

5.7 倾倒性试验

按GB/T 31737-2015进行。

5.8 分散稳定性

5.8.1 方法提要

按规定浓度制备分散液，分别置于两刻度乳化管中，直立静置一段时间，再颠倒乳化管数次，观察最初、放置一定时间和重新分散后该分散液的分散性。

5.8.2 仪器和试剂

—乳化管：锥形底硼硅玻璃离心管，长15 cm，刻度至100 mL，分度值0.05 mL。



—橡胶塞：与乳化管配套，带有80 mm长玻璃排气管（外径4.5 mm，内径2.5 mm，见图3）

—刻度量筒：250 mL。

—可调节灯：配60 W珍珠泡。

—标准硬水： $\rho(\text{Ca}^{2+}+\text{Mg}^{2+})=342\text{ mg/L}$ ，按GB/T 14825-2006中4.1配制。

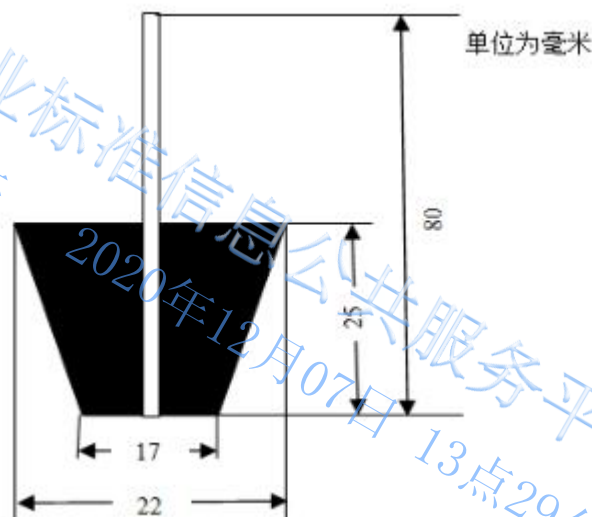


图3 带有玻璃排气管的橡胶塞

5.8.3 操作步骤

在室温下（ $23\pm 2^\circ\text{C}$ ），分别向两个250 mL刻度量筒中加标准硬水至240 mL刻度线，用移液管向每个量筒中滴加试样5 g，滴加时移液管尖端尽量贴近水面，但不要在水面之下。最后加标准硬水至刻度。佩戴布手套，以量筒中部为轴心，上下颠倒30次，确保量筒中液体温和地流动，不发生反冲，每次颠倒需2 s（用秒表观察所用时间），用其中一个量筒做沉淀和乳膏试验，另一个量筒做再分散试验。

5.8.4 最初分散性

观察分散液，记录沉淀、乳膏或浮油体积。

5.8.5 放置一定时间后分散性

a) 沉淀体积的测定

分散液制备好后，立即将100 mL分散液转移至乳化管中，盖上塞子，在室温下（ $23\pm 2^\circ\text{C}$ ）直立30 min，用灯照亮乳化管，调整光线角度和位置，达到对两相界面的最佳观察，如果有沉淀（通常反射光比透射光更易观察到沉淀），记录沉淀体积（精确至 $\pm 0.05\text{ mL}$ ）。

b) 顶部乳膏（或浮油）体积的测定

分散液制备好后，立即将其倒入乳化管中，至离管顶端1 mm，戴好保护手套，塞上带有排气管的橡胶塞，排除乳化管中所有空气，去掉溢出的分散液，将乳化管倒置，在室温下保持30 min，没有液体从乳化管排出就不必密封玻璃管的开口端，记录已形成的乳膏或浮油的体积。测定乳化管总体积，并以式（2）校正测量出的乳膏或浮油的体积。

测定乳膏或浮油的体积，按（3）计算：



按GB/T 19136-2003中“液体制剂”进行。测得热储后试样有效成分烟嘧磺隆、硝磺草酮和莠去津的分解率 $\leq 5\%$ ，有效成分质量分数、pH值范围、分散稳定性、倾倒性及湿筛试验等仍符合本标准技术指标要求，则试样的热储稳定性合格。

5.13 产品的检验与验收

应符合GB/T 1604-1995的规定。极限数值的处理采用修约值比较法。

6 标志、标签、包装、贮运、安全、质量保证期

6.1 标志、标签和包装

27%硝·烟·莠去津可分散油悬浮剂的标志、标签、包装，应符合GB 3796-2006的规定。27%硝·烟·莠去津可分散油悬浮剂采用聚酯瓶包装，每瓶净含量为10 mL (g)、50 mL (g)、500 mL (g)等，外用瓦楞纸箱包装，每箱净容量4 L、10 L或100 L、200 L大桶包装。也可根据用户要求或订货协议可采用其他形式的包装，但应符合GB 3796-2006的规定。

6.2 贮运

27%硝·烟·莠去津可分散油悬浮剂应贮存在通风、干燥的库房中。贮运时，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。

6.3 安全

本品属低毒性除草剂。吞噬和吸入均有毒。可经皮肤渗入。使用本品时要戴防护镜和胶皮手套，穿必要的防护衣物，施药后应用肥皂和清水冲洗。误服者应立即送医院对症治疗。

6.4 质量保证期

在规定的贮运条件下，27%硝·烟·莠去津可分散油悬浮剂的质量保证期，从生产日期起为2年。



附录 A

(资料性附录)

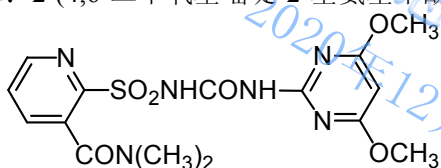
有效成分的其他名称、结构式和基本物化参数

1 本产品有效成分烟嘧磺隆的其他名称、结构式和基本物化参数如下:

ISO 通用名称: Nicosulfuron

CAS 登录号: 111991-09-4

化学名称: 2-(4,6-二甲氧基嘧啶-2-基氨基甲酰氨基磺酰)-N,N-二甲基烟酰胺



结构式:

实验式: $C_{15}H_{18}N_6O_6S$

相对分子质量: 410.4

生物活性: 除草剂

熔 点: 141~144°C

蒸气压: 1.6×10^{-11} Pa (20 ° C)

溶解度 (25°C, g/kg): 水 3.59 (pH=5 缓冲溶液)、12.2 (pH=7 缓冲溶液)、39.2 (pH=9 缓冲溶液); 丙酮 18; 乙醇 4.5; 氯仿、二甲基甲酰胺 64; 乙腈 23; 甲苯 0.37; 正己烷 <0.2; 二氯甲烷 160

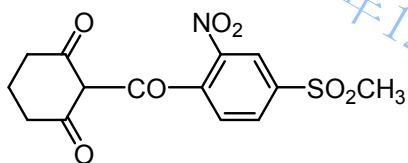
稳定性: 水溶液在 25°C 下的 DT_{50} 约 15 d (pH 5); 在 pH 7、pH 9 下稳定。

2 本产品有效成分硝磺草酮的其他名称、结构式和基本物化参数如下:

ISO 通用名称: Mesotrione

CAS 登录号: 104206-82-8

化学名称: 2-(4-甲磺酰基-2-硝基苯甲酰基)环己烷-1,3-二酮



结构式:

分子式: $C_{14}H_{13}NO_7S$

相对分子质量: 339.3

生物活性: 除草剂

熔 点: 148.7~152.5°C

水中溶解度: 0.16 mg/L (20 °C)

有机溶剂溶解度 (g/L, 20 °C): 二甲苯 1.4, 甲苯 2.7, 甲醇 3.6, 丙酮 76.4, 二氯甲烷 82.7 乙腈 96.1

稳定性: 在 pH 5~9 的水中稳定, 原药在 54 °C 贮存 14d 性质稳定

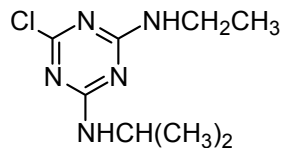
3 产品有效成分莠去津的其他名称、结构式和基本物化参数如下:

ISO 通用名称: Atrazine



CAS 登录号: 1912-24-9

化学名称: 2-氯-4-乙氨基-6-异丙氨基-1,3,5-三嗪



结构式:

分子式: C₈H₁₄ClN₅

相对分子质量: 215.7

生物活性: 除草剂

熔 点: 175~177°C

蒸气压 (20°C): 0.04 mPa

溶解度 (25°C): 水中 30 mg/L, 三氯甲烷 52 g/kg、乙醚 12 g/kg、乙酸乙酯 28 g/kg、甲醇 18 g/kg、辛醇 10 g/kg

稳定性: 在 70°C 下, 中性介质中缓慢地水解为无除草活性的 6-羟基衍生物, 在酸性或碱性介质中水解速度较快。土壤中 DT₅₀ 60 d~150 d