



G25

Q

# 江苏绿利来股份有限公司企业标准

Q/320921 LLL 045-2019

540 克/升敌草隆·噻苯隆悬浮剂

2019-01-01 发布

2019-01-18 实施

江苏绿利来股份有限公司 发布



## 前 言

本标准编写格式按 GB/T1.1-2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》和 HG/T 2467.5-2003《农药悬浮剂产品标准编写规范》进行编写。

本标准由江苏绿利来股份有限公司提出并起草。

本标准主要起草人：梁正华、苟娟娟。

本标准首次发布于2016年1月1日，标准号：Q/320921 LLL 045-2016。

本标准于2019年1月1日第一次修订，标准号：Q/320921 LLL 045-2019。

企业标准信息公共服务平台  
公开  
2020年07月20日 15点11分



## 引 言

540 克/升敌草隆·噻苯隆是本公司自行研制开发而成，适用于棉花脱叶。

产品毒性：敌草隆原药雌/雄大鼠急性经口 LD<sub>50</sub> 大于 2500mg/kg，兔急性经皮 LD<sub>50</sub> 大于 1200mg/kg，大鼠急性吸入 LC<sub>50</sub>(4h) 大于 4.9mg/L 空气。噻苯隆原药雌/雄大鼠急性经口 LD<sub>50</sub> 大于 2500mg/kg，兔急性经皮 LD<sub>50</sub> 大于 1200mg/kg，大鼠急性吸入 LC<sub>50</sub>(4h) 大于 4.9mg/L 空气。制剂毒性大鼠急性经口 LD<sub>50</sub> 大于 3678mg/kg。

按农药毒性等级分类，本品属低毒。

企业标准信息公共服务平台  
公开  
2020年07月20日 15点11分



## 540 克/升噻苯隆·敌草隆悬浮剂

### 1 范围

本标准规定了 540 克/升噻苯隆·敌草隆悬浮剂的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运和保证期。

本标准适用于由符合标准的噻苯隆原药、敌草隆原药、适宜的助剂和填料加工而成的 540 克/升噻苯隆·敌草隆悬浮剂。

注：噻苯隆、敌草隆的其他名称、结构式和基本物化参数参见附录 A。

### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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 1601-1993 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 4472-2011 化工产品密度、相对密度的测定
- GB/T 6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法
- 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
- HG/T 2467.5-2003 农药悬浮剂产品标准编写规范

### 3 要求



### 3.1 组成和外观

Q/320921 LLL 045-2019

本品应由符合标准的噻苯隆原药、敌草隆原药、适宜的助剂和填料加工而成，外观应是可流动的、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。

### 3.2 技术指标

540克/升噻苯隆·敌草隆悬浮剂应符合表1要求。

表1 540克/升噻苯隆·敌草隆悬浮剂控制项目指标

项 目		指 标
噻苯隆质量浓度 <sup>a</sup> (20℃) / (g/L)		360±18
噻苯隆质量分数 <sup>a</sup> /%		28.8±1.4
敌草隆质量浓度 <sup>a</sup> (20℃) / (g/L)		180±10
敌草隆质量分数 <sup>a</sup> /%		14.4±0.8
pH 值范围		5.0~9.0
湿筛试验 (通过 75 μm 试验筛) /%		≥ 98
悬浮率/%	噻苯隆	≥ 90
	敌草隆	≥ 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 (1min 后泡沫量) /mL		≤ 25
低温稳定性 <sup>b</sup>		合格
热贮稳定性 <sup>b</sup>		合格
<sup>a</sup> 当质量发生争议时，以噻苯隆和敌草隆质量分数为仲裁。		
<sup>b</sup> 正常生产时，低温稳定性和热贮稳定性试验，每三个月至少测定一次。		

### 4 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。

#### 4.1 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修约值比较法进行。



## 4.2 抽样

Q/320921 LLL 045-2019

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1200mL。

## 4.3 鉴别试验

高效液相色谱法——本鉴别试验可与噻苯隆和敌草隆质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液中某两个色谱峰的保留时间分别与标样溶液中噻苯隆与敌草隆色谱峰的保留时间，其相对差值应在1.5%以内。

## 4.4 噻苯隆（敌草隆）质量分数、质量浓度的测定

### 4.4.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以C<sub>18</sub>为填料的不锈钢柱和可变波长紫外检测器（250nm），对试样中的噻苯隆（敌草隆）进行高效液相色谱分离，外标法定量。

### 4.4.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯；

水：新蒸二次蒸馏水；

噻苯隆标样：已知噻苯隆质量分数 $\omega \geq 99.0\%$ ；

敌草隆标样：已知敌草隆质量分数 $\omega \geq 99.0\%$ 。

### 4.4.3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱：150mm×4.6mm（i. d.）不锈钢柱，内装Kromasil C<sub>18</sub>填充物，粒径5 μm；

过滤器：滤膜孔径约0.45 μm；

微量进样器：50 μL；

定量进样管：5 μL；

超声波清洗器。

### 4.4.4 液相色谱操作条件



流动相：甲醇+水=70+30（体积比）；

Q/320921 LLL 045-2019

流速：0.8mL/min；

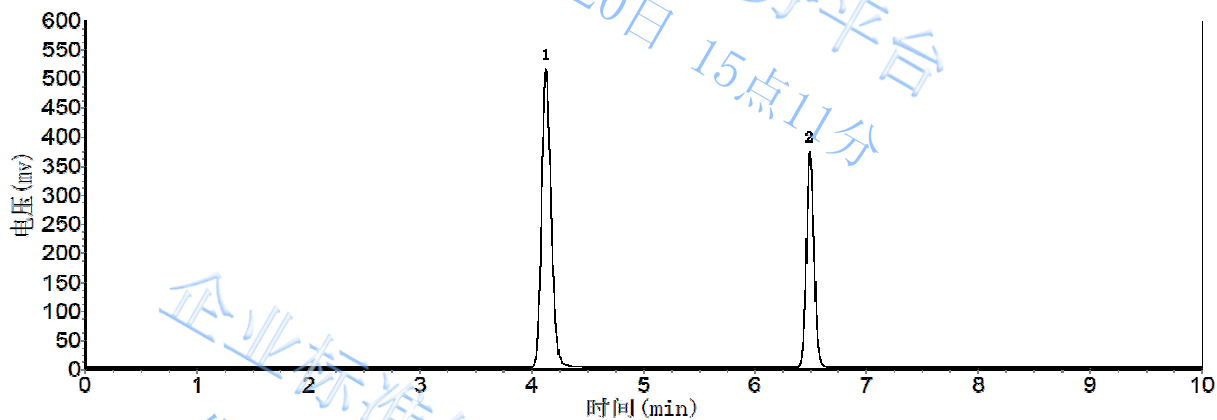
柱温：室温（温差变化不大于2℃）；

检测波长：250nm；

进样体积：5 μL；

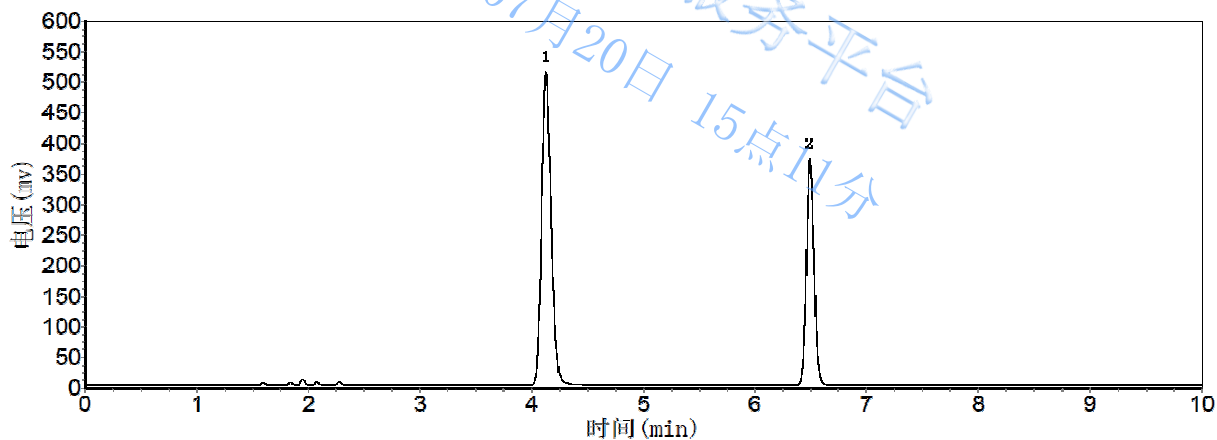
保留时间：噻苯隆约4.1min，敌草隆约6.5min。

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。典型的噻苯隆+敌草隆混合标样和540克/升噻苯隆·敌草隆悬浮剂高效液相色谱图分别见图1、图2。



注：1——噻苯隆；  
2——敌草隆。

图1 噻苯隆+敌草隆混合标样的高效液相色谱图



注：1——噻苯隆；  
2——敌草隆。

图2 540克/升噻苯隆·敌草隆悬浮剂的高效液相色谱图



#### 4.4.5 测定步骤

##### 4.4.5.1 标样溶液的制备

分别称取0.05g噻苯隆标样和0.025g敌草隆标样（精确至0.0002g）置于100mL容量瓶中，加入30mL甲醇于超声波中振荡5min，取出，冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀，备用。

##### 4.4.5.2 试样溶液的制备

称取含0.05g噻苯隆的试样（精确至0.0002g）置于100mL容量瓶中，加入30mL甲醇于超声波中振荡5min，取出，冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀，用0.45 μm过滤器过滤，滤液备用。

##### 4.4.5.3 测定

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，直至相邻两针噻苯隆和敌草隆峰面积的相对响应值变化小于1.5%，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。

##### 4.4.5.4 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噻苯隆（敌草隆）的峰面积进行平均。试样中噻苯隆（敌草隆）质量分数按式（1）计算，质量浓度按式（2）计算：

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

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

式中：

- $\omega_1$ ——试样中噻苯隆（敌草隆）质量分数，以%表示；
- $\rho_1$ ——试样中噻苯隆（敌草隆）质量浓度，克/升（g/L）；
- $A_2$ ——试样溶液中噻苯隆（敌草隆）峰面积的平均值；
- $m_1$ ——噻苯隆（敌草隆）标样的质量，单位为克（g）；
- $\omega$ ——噻苯隆（敌草隆）标样的质量分数，以%表示；
- $A_1$ ——标样溶液中噻苯隆（敌草隆）峰面积的平均值；



$m_2$ ——试样的质量，单位为克（g）；

$\rho$ ——20℃时试样的密度，单位为克/毫升（g/mL）（按GB/T 4472-2011进行测定）；

10——换算系数。

#### 4.4.6 允许差

两次平行测定结果之差，对噻苯隆应不大于0.6%，对敌草隆应不大于0.3%，取其算术平均值作为测定结果。

#### 4.5 pH值的测定

按GB/T 1601-1993进行。

#### 4.6 湿筛试验

按GB/T 16150-1995中“湿筛法”进行。

#### 4.7 悬浮率的测定

称取1.0g的试样（精确至0.0002g），按GB/T 14825-2006中4.2进行。将剩余的1/10悬浮液转移至100mL容量瓶中，用60mL甲醇分三次洗涤量筒（避免将量筒上部壁上粘着物洗入），洗涤液一并转入容量瓶中。用甲醇稀释至刻度，超声波振荡5min，取出，冷却至室温，用0.45  $\mu$ m滤膜过滤，滤液按本标准4.4中方法测定噻苯隆（敌草隆）的质量，计算试样中噻苯隆（敌草隆）的悬浮率。

试样中噻苯隆（敌草隆）的悬浮率按式（3）计算：

$$\omega_2 = \frac{m_3 - m_4}{m_3} \times \frac{10}{9} \times 100 \dots \dots \dots (3)$$

式中：

$\omega_2$ ——试样中噻苯隆（敌草隆）的悬浮率，以%表示；

$m_3$ ——配制悬浮液所取试样中噻苯隆（敌草隆）质量，单位为克（g）；

$m_4$ ——留在量筒底部25mL悬浮液中噻苯隆（敌草隆）质量，单位为克（g）；

10/9——换算系数。

#### 4.8 倾倒地性试验



按HG/T 2467.5-2003中4.9进行。将置于容器中的试样放置24h后，按照规定程序进行倾倒，测定滞留在容器内试样的量；将容器用水洗涤后，再测定容器内的试样量；计算其倾倒性。

#### 4.9 持久起泡性试验

按GB/T 28137-2011进行。

#### 4.10 低温稳定性试验

按GB/T 19137-2003中“悬浮制剂”进行，湿筛试验和悬浮率仍符合本标准3.2中要求为合格。

#### 4.11 热贮稳定性试验

按GB/T 19136-2003中“液体制剂”进行。热贮后，噻苯隆质量分数、敌草隆质量分数应不低于贮前的95%，且pH值、湿筛试验、悬浮率、倾倒性仍符合本标准3.2中要求为合格。

#### 4.12 产品的检验与验收

应符合GB/T 1604-1995的规定。

### 5 标志、标签、包装、贮运、安全和保证期

#### 5.1 标志、标签、包装

540克/升噻苯隆·敌草隆悬浮剂的标志、标签和包装，应符合GB 3796-2006中的规定。540克/升噻苯隆·敌草隆悬浮剂采用带内塞及外盖的棕色玻璃瓶或聚酯瓶包装，每瓶净含量为50g、100g、200g等，外包装用钙塑箱或瓦楞纸箱，每箱净含量不超过10kg。也可根据用户要求或订货协议，采用其他形式的包装，但要符合GB 3796-2006的要求。

#### 5.2 贮运

包装件应贮存于干燥、阴凉、通风的库房中。贮运时，严防潮湿和日晒，不得与食物、种子和饲料混放，避免与皮肤、眼睛接触，防止由口鼻吸入。

#### 5.3 安全



在使用说明书或包装容器上,除有醒目的相应毒性标志外,还应有毒性说明、使用注意事项、中毒症状、解毒方法和急救措施等。

#### 5.4 保证期

在规定的贮运条件下,540克/升噻苯隆·敌草隆悬浮剂的保证期,从生产日期算起为两年。

### 附录 A

(资料性附录)

#### 噻苯隆、敌草隆的其他名称、结构式和基本物化参数

##### A.1 本产品有效成分噻苯隆的其他名称、结构式和基本物化参数如下:

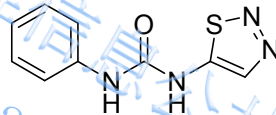
ISO通用名称: thidiazuron

CAS登记号: 51707-55-2

CIPAC数字代号: 727

化学名称: 1-苯基-3-(1,2,3-噻二唑-5-基)脲

结构式:



实验式:  $C_9H_8N_4OS$

相对分子质量: 220.2

生物活性: 调节植物生长

熔点:  $210.5^{\circ}C \sim 212.5^{\circ}C$

蒸气压:  $2.84 \times 10^{-8} Pa \cdot m^3 \cdot mol^{-1}$  (计算值)

溶解度: 水中 31 mg/L (pH7,  $25^{\circ}C$ ); 己烷 0.002, 甲醇 4.20, 二氯甲烷 0.003, 甲苯 0.400, 丙酮 6.67, 乙酸乙酯 1.1 (g/L,  $20^{\circ}C$ )

稳定性: 室温条件下, pH5-9 水解稳定

##### A.2 本产品有效成分敌草隆的其他名称、结构式和基本物化参数如下:

ISO通用名称: diuron

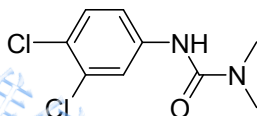


CAS登记号：330-54-1

CIPAC数字代号：100

化学名称：1,1-二甲基-3-(3,4-二氯苯基)脲

结构式：



实验式：C<sub>9</sub>H<sub>10</sub>Cl<sub>2</sub>N<sub>2</sub>O

相对分子质量：233.1

生物活性：除草

熔点：158℃~159℃

蒸气压（25℃）：1.1×10<sup>-3</sup>mPa

溶解度：水中 37.4（mg/L，25℃）；丙酮 53，硬脂酸丁酯 1.4，苯 1.2（g/kg，27℃）；

微溶于烃类

稳定性：常温条件下，在中性介质中可稳定存在