



Q/370783SDH

山东德浩化学有限公司企业标准

Q/370783SDH 066-2019

7%烯效唑·调环酸钙悬浮剂

2019-03-12 发布

2019-04-12 实施

山东德浩化学有限公司 发布



前 言

本标准附录 A 是资料性附录。

本标准由山东德浩化学有限公司提出。

本标准起草单位：山东德浩化学有限公司。

本标准主要起草人：刘 静。

本标准首次发布日期：2019 年 03 月。

企业标准信息公共服务平台
2021年09月14日 14点42分

企业标准信息公共服务平台
公开
2021年09月14日 14点42分



7%烯效唑·调环酸钙悬浮剂

该产品中有效成分的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

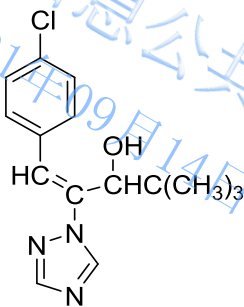
a) 烯效唑

ISO 通用名称：uniconazole

CAS 号：83657-22-1

化学名称：(E)-(RS)-1-(4-氯苯基)-4,4-二甲基-2-(1H-1,2,4-三唑-1-基)戊-1-烯-3-醇

结构式：



实验式：C₁₅H₁₈ClN₃O

相对分子质量（按 2015 国际相对原子质量计）：291.78

生物活性：植物生长调节

熔点：(147~164) °C

蒸汽压（25°C）：8.9mPa

溶解度（mg/L, 20°C）：水 0.0084，己烷 0.3，甲醇 88，二甲苯 7。

稳定性：对光、热、酸、碱稳定。

b) 调环酸钙

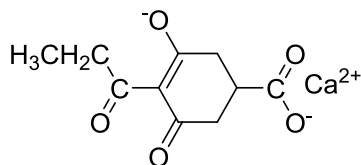
该产品中有效成分调环酸钙的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO 通用名称：Prohexadione calcium

CAS 登记号：127277-53-6

化学名称：3,5-二氧化-4-丙酰基环己烷羧酸钙

结构式：



实验式：C₁₀H₁₀CaO₅

相对分子质量（按 2016 年国际相对原子质量计）：250.3



生物活性：植物生长调节剂

熔点：360°C

蒸汽压（20°C） 1.335×10^{-5} Pa

溶解度(20°C)：丙酮 0.038 mg/L、甲苯:0.004 mg/L、二氯甲烷 0.004 mg/L、正己烷<0.003 mg/mL、甲醇 1.11 mg/mL、乙酸乙酯 <0.010 mg/L、异丙醇 0.105 mg/L

稳定性：对热稳定，在水中阳光稳定，DT₅₀4 天。

1 范围

本标准规定了 7%烯效唑·调环酸钙悬浮剂的要求，试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由烯效唑原药、调环酸钙原药和必要的助剂加工而成的 7%烯效唑·调环酸钙悬浮剂。

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/T 1601 农药 pH 值的测定方法

GB/T1604 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 14825 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 19137-2003 农药低温稳定性测定方法

GB/T 19136-2003 农药热贮稳定性测定方法

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**：本品应由符合标准的烯效唑原药、调环酸钙原药和必要的助剂加工而成，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。

3.2 7%烯效唑·调环酸钙悬浮剂应符合表 1 要求。

表 1 7%烯效唑·调环酸钙悬浮剂控制项目指标

项 目		指 标	
烯效唑质量分数，%		2.0±0.3	
烯效唑悬浮率，%	≥	80	
调环酸钙质量分数，%		5.0±0.5	
钙离子质量分数，%	≥	0.72	
调环酸钙悬浮率，%		≥	80
pH 值范围		6.0~9.0	
倾倒性	倾倒后残余物，%	≤	5.0
	洗涤后残余物，%	≤	0.5
持久气泡性（1min 后），mL		≤	60
湿筛试验（通过 75μ m 试验筛），%		≥	98
低温稳定性 ^a			合格
热贮稳定性 ^b			合格
^{a、b} 正常生产时，低温稳定性和热贮稳定试验每三个月进行一次			



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；最终抽样量应不少于600mL。

4.2 鉴别试验

本鉴别试验可与烯效唑（调环酸钙）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烯效唑（调环酸钙）的保留时间，相对差值应在1.5%以内。

4.3 烯效唑质量分数的测定

4.3.1 方法提要

试样用流动相溶解，以甲醇+水+磷酸为流动相，使用以ODS-C18为填料的不锈钢柱和可见波长紫外检测器，对试样中的烯效唑进行高效液相色谱分离和测定。

4.3.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯；

水：二次蒸馏水；

磷酸：分析纯；

烯效唑：已知准确质量分数， $\geq 98.0\%$ ；

4.3.3 仪器

高效液相色谱仪：具可变波长紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱：250mm \times 4.6mm(id), Shim pack GIST C18 不锈钢柱，5 μ m；

过滤器：具0.45 μ m孔径砂心漏斗；

微量进样器：20 μ l。

4.3.4 液相色谱操作条件

流动相： ψ （甲醇:0.1%磷酸水溶液）=75:25；

流量：1.0mL/min；

柱温：40 $^{\circ}$ C；

检测波长：230nm；

进样体积：5 μ L；

保留时间：烯效唑：8.69min。

上述操作参数是典型的，分析者可根据仪器的特点，对操作参数作适当调整，以获最佳效果。

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液的配制

准确称取烯效唑标样约0.02g(精确至0.0002g)置于50mL容量瓶中，用流动相溶解并稀释至刻度，摇匀备用。

4.3.5.2 试样溶液的配制

准确称含烯效唑0.02(精确至0.0002)试样于50mL容量瓶中，用流动相溶解并稀释至刻度，以0.45 μ m孔径过滤器过滤，备用。

4.3.5.3 测定

在上述操作条件下，待仪器稳定后，重复注入数针标样溶液，待相邻两针烯效唑峰面积相对变化小于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的烯效唑的峰面积，分别进行平均。烯效唑的质量分数 X_1 (%)，按式(1)计算：



$$X_1 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot p}{A_1 \cdot m_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

A₁—标样溶液中烯效唑峰面积平均值；

A₂—试样溶液中烯效唑峰面积平均值；

m₁—烯效唑标样的质量，g；

m₂—试样的质量，g；

P—标样中烯效唑的质量分数，%。

4.3.7 允许差

两次平行测定结果之相对偏差，应不大于1%。

4.4 调环酸钙质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样用流动相溶解，以乙腈+水+磷酸为流动相，使用以 ODS-C18 为填料的不锈钢柱和可见波长紫外检测器，对试样中的调环酸钙进行高效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；

磷酸：分析纯；

调环酸钙：已知准确质量分数，≥98.0%；

4.4.3 仪器

高效液相色谱仪：具可变波长紫外检测器；

色谱数据处理机；

色谱柱：250mm×4.6mm(id), ODS-C18 不锈钢柱，5μm；

过滤器：具 0.45μm 孔径砂心漏斗；

微量进样器：20μl。

4.4.4 液相色谱操作条件

流动相：ψ（乙腈：0.1%磷酸水溶液）= 40：60，0-7min；100%乙腈，7.1-11min；ψ（乙腈：0.1%磷酸水溶液）= 40：60，11.1-18min；

流量：1.0mL/min；

柱温：40℃；

检测波长：275nm；

进样体积：5μL；

保留时间：调环酸钙 6.48min。

上述操作参数是典型的，分析者可根据仪器的特点，对操作参数作适当调整，以获最佳效果。

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的配制

准确称取调环酸钙标样约 0.02g(精确至 0.0002g)置于 50mL 容量瓶中，用流动相溶解并稀释至刻度，摇匀备用。

4.4.5.2 试样溶液的配制

准确称含调环酸钙 0.02（精确至 0.0002）试样于 50mL 容量瓶中，用流动相溶解并稀释至刻度，以 0.45μm 孔径过滤器过滤，备用。

4.4.5.3 测定



在上述操作条件下，待仪器稳定后，重复注入数针标样溶液，待相邻两针调环酸钙峰面积相对变化小于 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。

4.4.6 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调环酸钙的峰面积，分别进行平均。调环酸钙的质量分数 X_1 (%)，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：

A_1 —标样溶液中调环酸钙峰面积平均值；

A_2 —试样溶液中调环酸钙峰面积平均值；

m_1 —调环酸钙标样的质量，g；

m_2 —试样的质量，g；

P —标样中调环酸钙的质量分数，%。

4.4.7 允许差

两次平行测定结果之相对偏差，应不大于 0.5%。

4.5 悬浮率的测定

4.5.1 方法提要

准确称取 1g(精确至 0.0002g)试样，按 GB/T 14825 进行操作。将量筒内剩余的悬浮液及沉淀物全部移入 50mL 容量瓶中，用流动相溶解并稀释至刻度，摇匀备用。然后按本标准 4.3 对烯效唑（调环酸钙）的质量进行测定，计算其悬浮率

4.5.2 计算

按式 (3) 计算烯效唑（调环酸钙）悬浮率 X_3 ：

$$X_3 = \frac{m_0 - m_3}{m_0} \times 111.1 \dots\dots\dots (3)$$

式中：

m_3 —1/10悬浮液和沉淀中烯效唑（调环酸钙）的质量，g；

m_0 —配制悬浮液所称试样中含有烯效唑（调环酸钙）的质量，g；

111.1—换算系数。

4.5.3 允许差

两次平行测定结果之差应不大于 1%。

4.6 钙离子测定

4.6.1 方法提要

试样用水溶解，以甲基磺酸水溶液为流动相，使用阳离子分析柱和电导检测器的离子色谱仪，对试样中的钙离子进行分离和测定。

4.6.2 试剂和溶液

甲基磺酸；

水：新蒸二次蒸馏水；

氯化钙标样：已知氯化钙的质量分数 $\geq 99.0\%$ ；

4.6.3 仪器

离子色谱仪：具有电导检测器；



色谱柱：250mm×4.0mm(i. d.)Dionex IonPac CS12A 阳离子分析柱；

过滤器：滤膜孔径约 0.22μm；

超声波清洗器。

4.6.4 离子色谱操作条件

洗涤液：甲基磺酸水溶液，c=16mmol/L；

流速：1.0mL/min；

柱温：室温；

电导池温度：35℃；

进样体积：10μL；

保留时间：钙离子 17.32min。

上述操作参数是典型的，可根据不同仪器进行调整，以期获得最佳效果，

4.6.5 测定步骤

4.6.5.1 氯化钙标样溶液的制备

称取 0.05g 氯化钙标样（精确至 0.0001g），置于 100mL 容量瓶中，用水溶解并稀释至刻度，摇匀，用移液管吸取上述溶液 1mL 于 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

4.6.5.2 试样溶液的制备

称取 2.7g 试样（精确至 0.0001g），置于 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，用移液管吸取上述溶液 1mL 于 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

注 1：钙离子测定时，应使用塑料容量，避免产生干扰。

4.6.5.3 测定

在上述操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针氯化钙标样溶液，直至相邻两针氯化钙离子峰面积相对变化小于 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。

4.6.6 计算

试样中钙离子的质量分数按式（4）计算：

$$W = \frac{A_4 \times m_3 \times p}{A_3 \times m_4} \times \frac{M_1}{M_2} \dots \dots \dots (4)$$

W—钙离子的质量分数，以%表示；

A₃— 试样溶液中，钙离子峰面积的平均值；

m₃— 氯化钙标样的质量，单位为克（g）；

p—氯化钙标样中钙的质量分数，以%表示；

A₄— 标样溶液中，钙离子峰面积的平均值；

M₁—氯化钙标样中钙离子的摩尔质量数值，单位为克每摩尔（g/mol），M₁(Ca⁺)=40g/mol；

M₂—氯化钙标样中氯化钙的摩尔质量数值，单位为单位为克每摩尔（g/mol），M₂(CaCl₂)=111g/mol。

4.6.7 允许差

两次平行测定结果的相对差应不大于 0.2%，取其算数平均值作为测定结果。

4.7 PH 值的测定

按 GB/T 1601 中 PH 计法进行测定。

4.8 倾倒性试验

按 GB/T 31737-2015 进行。

4.9 湿筛试验

按 GB/T 16150-1995 中的 2.1 “湿筛法” 进行。

4.10 持久气泡性试验

按 GB/T 28137-2011 进行。



4.11 低温稳定性试验

按 GB/T 19137-2003 中 2.1 进行。悬浮率和湿筛试验符合标准要求为合格。

4.12 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136-2003 中 2.1 进行。储后烯效唑、调环酸钙分解率 $\leq 5\%$ 、烯效唑质量分数、调环酸钙质量分数、悬浮率、pH 值、倾倒性、湿筛试验等其他项目符合标准要求，则为合格。

4.13 产品的检验与验收

应符合 GB/T 1604 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 7%烯效唑·调环酸钙悬浮剂的标志、标签和包装应符合 GB 3796 中的有关规定，并应有登记证号、批准证书号、商标和标准号。

5.2 7%烯效唑·调环酸钙悬浮剂应用清洁、干燥的聚酯瓶进行包装，每瓶净重 800mL，外用纸箱包装，每箱净重不超过 10kg。

5.3 根据用户要求或定货协议，可采用其它形式的包装，但要符合 GB 3796 中的有关规定。

5.4 包装件应存放在通风、干燥的库房中。

5.5 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。

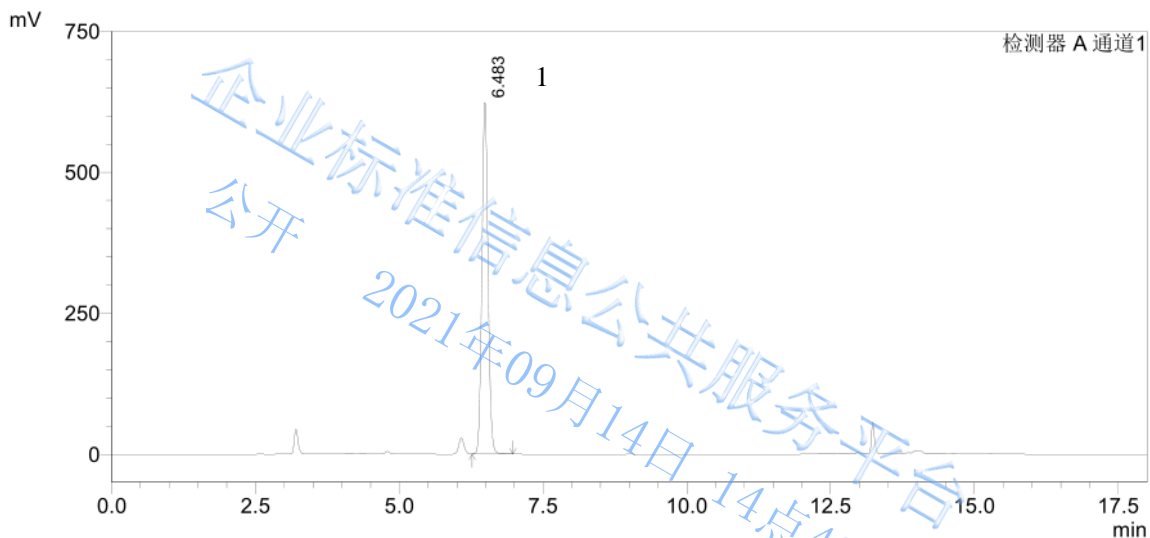
5.6 **安全：**7%烯效唑·调环酸钙悬浮剂为低毒性除草剂，在使用过程中应注意安全，施用时要有必要的安全防护，无特效解毒药，若不慎入服，应引吐并立即送医院对症治疗。

5.7 **保证期：**在规定贮运条件下，7%烯效唑·调环酸钙悬浮剂的保证期，从生产日期算起为 2 年。

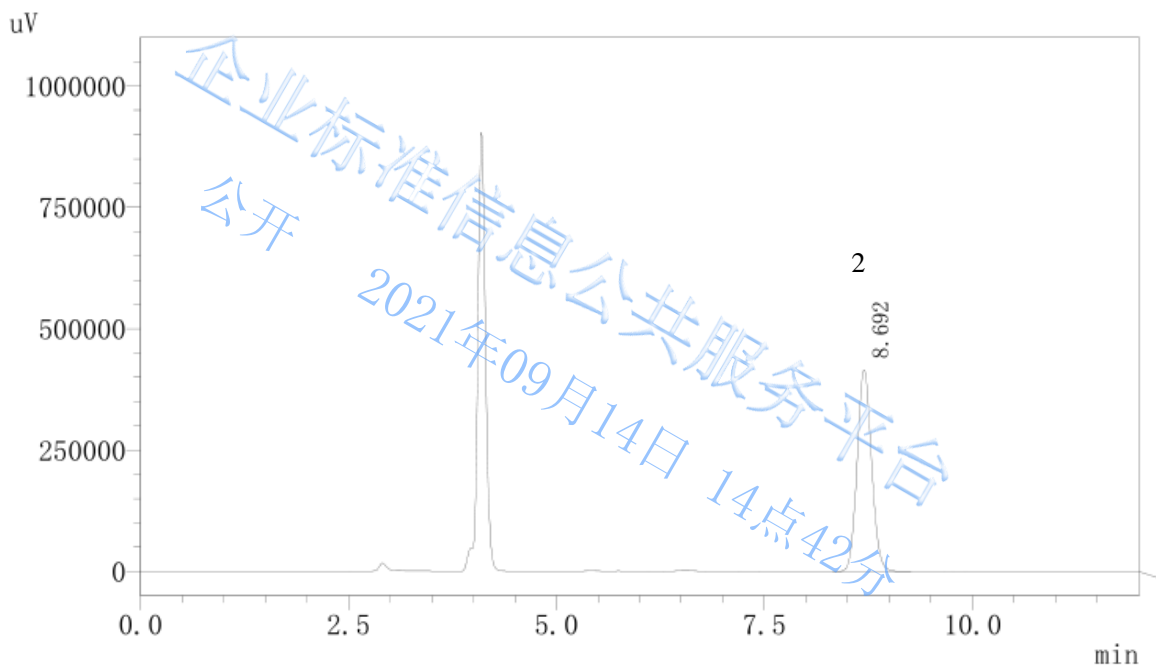
企业标准信息公共服务平台
公开
2021年09月14日 14点42分



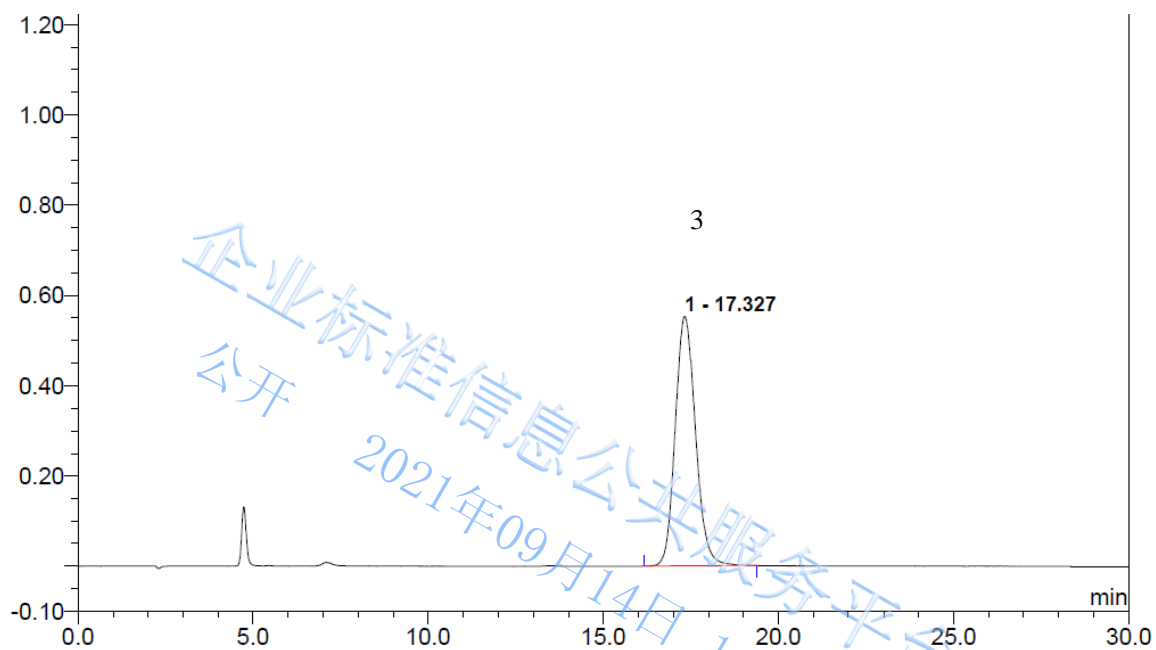
附录 A
(资料性附录)
色谱图



1-调环酸钙
7%烯效唑·调环酸钙悬浮剂中调环酸钙高效液相色谱图



2-烯效唑
7%烯效唑·调环酸钙悬浮剂中烯效唑高效液相色谱图



7%烯效唑·调环酸钙悬浮剂中钙离子离子谱图

企业标准信息公共服务平台
公开
2021年09月14日 14点42分