



Q/HSN

河南省沈丘县农药厂企业标准

Q/HSN 005—2018

23%草铵膦·精喹禾·乙羧氟微乳剂

2018-04-05 发布

2018-04-25 实施

河南省沈丘县农药厂 发布



前 言

本标准依据GB/T 1.1-2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》编写。

本标准由河南省沈丘县农药厂提出。

本标准起草单位：河南省沈丘县农药厂。

本标准主要起草人：郭敏杰。

本标准首次发布日期：2018 年 4 月。

企业标准信息公共服务平台
2020年12月11日 12点31分
该标准已于2020年12月31日 19点25分废止

企业标准信息公共服务平台
公开
2020年12月11日 12点31分
该标准已于2020年12月31日 19点25分废止



23%草铵膦·精喹禾·乙羧氟微乳剂

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：

1) 草铵膦

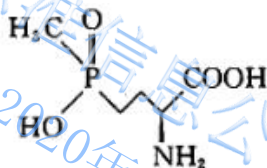
ISO通用名称：glufosinate-ammonium

CIPAC 数字代号：437

CAS 登记号：77182-82-2

化学名称：(RS)-2-氨基-4-(羟基甲基氧磷基)丁酸铵

结构式：



实验式：C₄H₁₅N₂O₆P

相对分子质量（按 2001 年国际相对分子质量计）：198.16

生物活性：除草

熔点：215℃

蒸气压（20℃）：<0.1 mPa

溶解度：水中溶解度为 1370 g/L（22℃），在一般有机溶剂中溶解度较低。

稳定性：对光稳定，中性和酸性介质中稳定。

2) 精喹禾灵

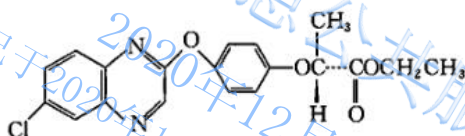
ISO 通用名称：quizalofop-P-ethyl

CIPAC 数字代号：641

CAS 登记号：100646-51-3

化学名称：(R)-2-[4-(6-氯喹啉-2-氧基)苯氧基]丙酸乙酯

结构式：



实验式：C₁₉H₁₇ClN₂O₄

相对分子质量(按 2007 年国际原子质量计)：372.83

生物活性：除草

熔点(℃)：76.1-77.1

沸点：220℃/26.66Pa

蒸气压（20℃）：1.1×10⁻⁴mPa

溶解度（20℃，g/L）：水中 4×10⁻⁴、丙酮中 650、二甲苯中 360、乙醇中 22
稳定性：正常条件下贮存稳定。

3) 乙羧氟草醚

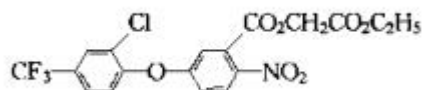
ISO 通用名称：fluoroglycofen-ethyl

CIPAC 数字代号：523

CAS 登记号：77501-90-7

化学名称：2-氯-4-三氟甲基苯基-3'-甲羧基甲氧基甲酰基-4'-硝基苯基醚

结构式：



实验式: $C_{18}H_{13}ClF_3NO_7$

相对分子质量 (按 2001 年国际相对原子质量计) 447.8

生物活性: 除草

熔点 ($^{\circ}C$): 65

相对密度 (d^{25}): 1.01

蒸气压 ($20^{\circ}C$): $<133 Pa$

溶解度 ($20^{\circ}C$, g/L): 水 $>1 \times 10^{-3}$; 大多数有机溶剂中均大于 100g/kg。

稳定性: 对光不稳定, 遇紫外光迅速分解。

1 范围

本标准规定了23%草铵膦·精喹禾·乙羧氟微乳剂的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮存。本标准适用于草铵膦原药、精喹禾灵原药、乙羧氟草醚原药、水与适宜的助剂配制而成的 23%草铵膦·精喹禾·乙羧氟微乳剂。

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/T 1603 农药乳液稳定性测定方法
- 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 4838 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
- GB/T 28137 农药持久起泡性测定方法
- HG/T 2467.10-2003 农药微乳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草铵膦原药、精喹禾灵原药、乙羧氟草醚原药、水与适宜的助剂配制而成,外观应为可流动、易测量体积的均相液体,无可见的悬浮物和沉淀。

3.2 23%草铵膦·精喹禾·乙羧氟微乳剂应符合表 1 要求。

表 1 23%草铵膦·精喹禾·乙羧氟微乳剂控制项目指标

项目	指标
草铵膦铵盐质量分数, %	20.0 ± 1.2
草铵膦质量分数, %	18.0 ± 1.0
铵离子质量分数, %	≥ 1.5
精喹禾灵R对映体比例	≥ 95.0
精喹禾灵质量分数, %	2.1 ± 0.3



乙羧氟草醚质量分数, %		0.9±0.1
pH 值范围		4.0~7.0
透明温度范围 (0~40℃)		合格
乳液稳定性 (稀释 200 倍)		合格
持久起泡性 (1min 后), mL	≤	60
低温稳定性 ^a		合格
热贮稳定性 ^b		合格
^a ^b 正常生产时, 低温和热贮稳定性试验, 每 3 个月至少进行 1 次。		

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 草铵膦铵盐的鉴别试验

高效液相色谱法: 本鉴别试验可与草铵膦铵盐质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下, 试样溶液中某一色谱峰的保留时间与标样溶液中草铵膦铵盐色谱峰的保留时间, 其相对差值应在 1.0% 以内。

4.2.2 铵离子的鉴别试验

离子色谱法: 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标样溶液中铵离子的色谱峰的保留时间, 其相对差值应在 1.0% 以内。

4.2.3 精喹禾灵R对映体比例的鉴别试验

本鉴别试验可与精喹禾灵R对映体比例的测定同时进行, 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色谱峰的保留时间, 其相对偏差值应在 1.0% 以内。

4.2.4 精喹禾灵 (或乙羧氟草醚) 的鉴别试验

液相色谱法: 本鉴别试验可与精喹禾灵 (或乙羧氟草醚) 质量分数测定同时进行。在相同的液相色谱操作条件下, 试样溶液中某一个色谱峰的保留时间与标样溶液中精喹禾灵 (或乙羧氟草醚) 色谱峰的保留时间, 其相对差值应在 1.0% 以内。

4.3 草铵膦铵盐质量分数的测定

4.3.1 方法提要

试样用水溶解, 以 pH=1.9 的磷酸二氢钾水溶液和甲醇为流动相, 使用 SAX 为填充物的不锈钢柱和紫外检测器, 对试样中草铵膦铵盐进行高效液相色谱分离和外标法定量。

4.3.2 试剂和溶液

草铵膦铵盐标准品: 已知含量, ≥98.0%;

磷酸, 分析纯;

磷酸二氢钾, 分析纯;

甲醇: 色谱纯;

水: 二次蒸馏水。

4.3.3 仪器和设备

岛津 LC-20A 高效液相色谱仪; 具有紫外检测器;

色谱数据处理机或色谱工作站;

色谱柱: 强阴离子交换不锈钢柱, 250 mm×4.6 mm, 内装 5 μm SAX 填充物;

自动进样器;

超声波清洗器



过滤器：滤膜孔径约0.45 μm。

微量进样器：50 μL；

定量进样管：20 μL。

4.3.4 高效液相色谱操作条件

流动相：称取磷酸二氢钾0.27g，用970mL水溶解，加入30mL甲醇，用磷酸溶液调至pH1.9

流速：1.0 mL/min

柱温：40℃

进样量：20 μL

检测波长：195 nm

保留时间：草铵膦铵盐约4.9min（见图1，图2）

上述色谱操作条件是典型的操作参数，可根据不同仪器的特点，对给定操作参数作适当调整，以期获得最佳分离效果。典型的23%草铵膦·精喹·乙酸氟微乳剂中草铵膦的高效液相色谱图见图1，图2。

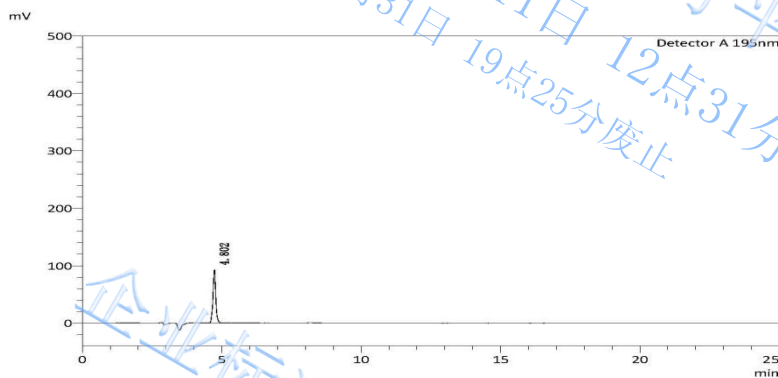


图1 草铵膦铵盐标样色谱图

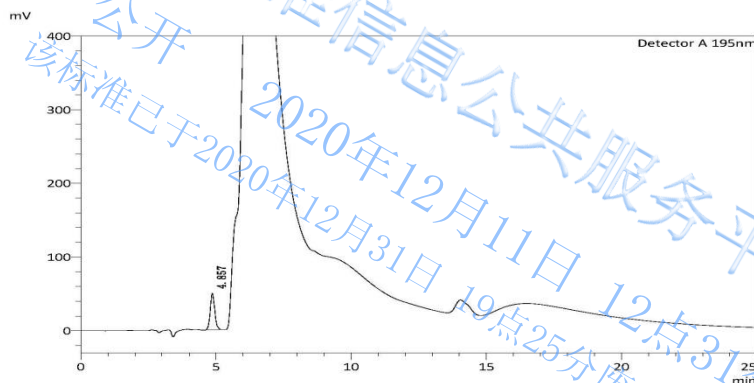


图2 试样中草铵膦铵盐液相色谱图

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液的配制

准确称取草铵膦铵盐标准品约0.05g（精确至0.0002g）置于50mL容量瓶中，用水溶解后冷却至室温并稀释至刻度，摇匀，备用。

4.3.5.2 试样溶液的配制

准确称取含草铵膦铵盐约0.05g样品（精确至0.0002g）置于50mL容量瓶中，用水溶解后冷却至室温并稀释至刻度，摇匀，过滤后备用。

4.3.5.3 测定



在本方法色谱条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，计算各针相对响应的值，待相邻两针的相对响应值的变化≤1.0%时，再按标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进样测定。

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草铵磷铵盐峰面积进行平均。试样中草铵磷铵盐的质量分数X和草铵磷的质量分数 X₁,按式(1)计算:

$$X = \frac{A_1 \times m_2 \times P}{A_2 \times m_1} \dots\dots\dots (1)$$

$$X_1 = X \times \frac{181.1}{198.2}$$

式中:

A1—试样溶液中草铵磷铵盐峰面积的平均值;

A2—标样溶液中草铵磷铵盐峰面积的平均值;

m1—试样的质量, g;

m2—草铵磷铵盐标准品的质量, g;

P—草铵磷铵盐的质量百分含量;

181.1—草铵磷的分子质量;

198.2—草铵磷铵盐的分子质量。

4.3.7 允许差

两次平行测定结果之差草铵磷铵盐不大于0.5%。

4.4 铵离子的测定

4.4.1 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被试物中的铵离子进行分离和测定。

4.4.2 试剂和溶液

氯化铵标准品：已知含量，99.5%；

甲基磺酸，色谱纯；

水：二次重蒸水。

4.4.3 仪器

岛津LC-20A高效液相色谱仪；具有电导检测器；

色谱数据处理机或色谱工作站；

色谱柱：阳离子分析柱，250 mm×4.6 mm；

自动进样器；

超声波清洗器

过滤器：滤膜孔径约0.45 μm。

4.4.4 离子色谱操作条件

流动相：甲基磺酸水溶液，C（甲基磺酸）=12mmol/L

流速：1.0 mL/min

柱温：40℃

电导池温度：40℃



进样量：10 μL

保留时间：铵离子约8.5min

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。典型的草23%草铵膦·精喹·乙羧氟微乳剂中的铵离子色谱图见图3，图4。

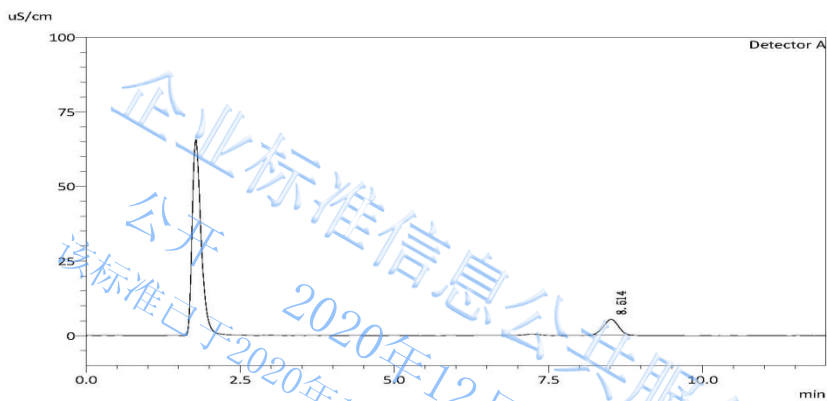


图3 铵离子标样色谱图

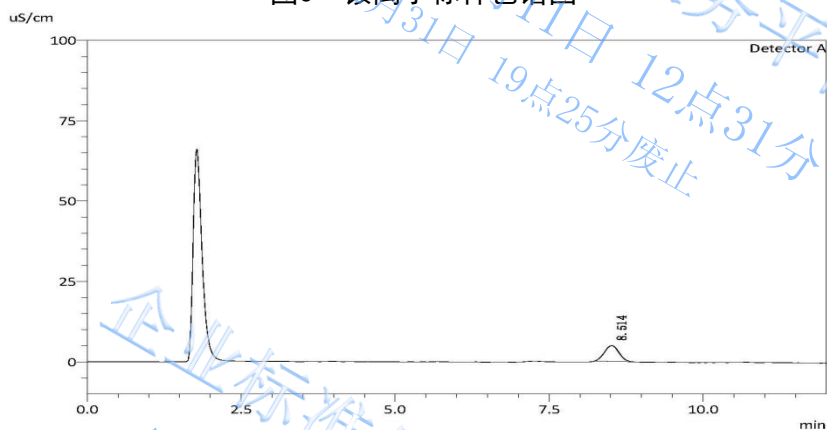


图4 试样中铵离子液相色谱图

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的制备

准确称取氯化铵标准品约0.06g（精确至0.0002g）置于100mL容量瓶中，用水溶解后冷却至室温并稀释至刻度摇匀后，准确移取1mL于100mL容量瓶中，加入水稀释至刻度摇匀备用。

4.4.5.2 试样溶液的制备

准确称取试样约0.2g样品（精确至0.0002g）置于100mL容量瓶中，用水溶解后冷却至室温并稀释至刻度摇匀后，准确移取5mL于100mL容量瓶中，加入水稀释至刻度摇匀备用。

4.4.5.3 测定

在本方法色谱条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，计算各针相对响应的值，待相邻两针的相对响应值的变化<1.0%时，再按标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进样测定。

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草铵膦峰面积进行平均。试样中草铵膦的质量分数 X_1 ，按式(2)计算：

$$X_1 = \frac{A_1 \times m_2 \times P}{A_2 \times m_1} \times \frac{M_1}{M_2} \dots\dots\dots (2)$$



式中：

A1—试样溶液中氯化铵峰面积的平均值；

A2—标样溶液中氯化铵峰面积的平均值；

m1—试样的质量，g；

m2—氯化铵标准品的质量，g；

P—氯化铵的质量百分含量；

M1——氯化铵标样中铵离子的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol），
[M1(NH₄⁺)=18.04g/mol]；

M2——氯化铵标样中氯化铵的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol），
[M2(NH₄Cl)=53.49g/mol]。

4.4.7 允许差

两次平行测定结果之差铵离子不大于0.2%。

4.5 精噻禾灵R-对映体比例测定

4.5.1 方法提要

被试物用流动相溶解，以正己烷+异丙醇为流动相，使用以OD-H为填料的不锈钢柱和可变波长紫外检测器，对试样中的精噻禾灵R-对映体进行高效液相色谱分离和测定，外标法定量。

4.5.2 标准品、试剂和溶液

精噻禾灵标准品：已知含量，99.0%；

正己烷，色谱纯；

异丙醇，色谱纯。

4.5.3 仪器

岛津LC-20A高效液相色谱仪；具有DAD检测器；

色谱数据处理机或色谱工作站；

色谱柱：250 mm×4.6 mm，内装OD-H，5 μm填充物；

自动进样器；

超声波清洗器

过滤器：滤膜孔径约0.45 μm。

4.5.4 溶液的配制

4.5.4.1 标样溶液的配制

分别准确称取精噻禾灵标准品约0.02g置于25mL容量瓶中，用流动相溶解后冷却至室温并稀释至刻度，摇匀，备用。

4.5.4.2 试样溶液的配制

准确称取含精噻禾灵约0.02g样品（精确至0.0002g）置于25mL容量瓶中，用流动相溶解后冷却至室温并稀释至刻度，摇匀，备用。

4.5.5 操作条件

流动相：ψ（正己烷：异丙醇）=95：5

流速：1.0mL/min

柱温：40℃

进样量：5 μL

检测波长：237 nm

保留时间：精噻禾灵R对映体约7.5min；精噻禾灵S对映体约8.5min（见图7，图8）

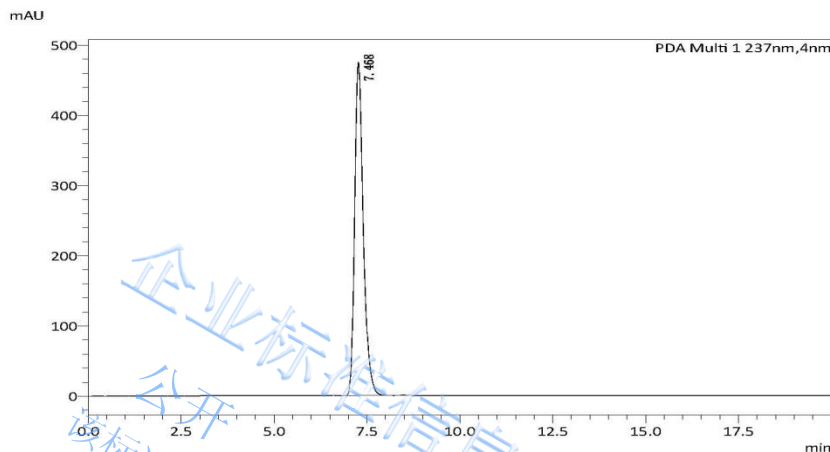


图7 精噻禾灵对映体比例标样色谱图

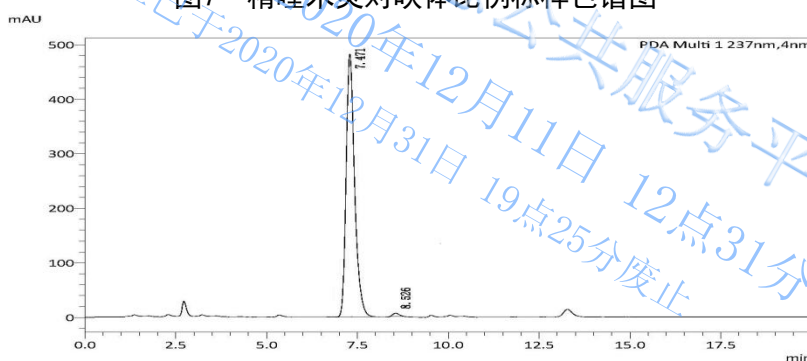


图8 试样中精噻禾灵对映体比例液相色谱图

4.5.6 测定步骤

在本方法色谱条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，计算各针相对响应的值，待相邻两针的相对响应值的变化<1.0%时，再按标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

4.5.7 计算

将测得的两针试样溶液中精噻禾灵R体和S体的峰面积分别进行平均，精噻禾灵R-对映体比例K计算：

$$K = \frac{A_R}{A_R + A_S} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

AR——两针试样溶液中精噻禾灵R-对映体峰面积的平均值；

AS——两针试样溶液中精噻禾灵S-对映体峰面积的平均值

4.6 精噻禾灵、乙羧氟草醚含量的测定

4.6.1 方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈+磷酸水溶液为流动相，使用C18色谱柱和紫外检测器，对被试物中有效成分精噻禾灵（或乙羧氟草醚）进行高效液相色谱分离和测定。

4.6.2 标准品、试剂和溶液

精噻禾灵标准品：已知含量，99.0%；

乙羧氟草醚标准品：已知含量，99.0%；

磷酸，分析纯；

乙腈，色谱纯；



水：二次重蒸水。

4.6.3 仪器

岛津LC-20A高效液相色谱仪；具有DAD检测器；

色谱数据处理机或色谱工作站；

色谱柱：250 mm×4.6 mm，内装C18，5 μm填充物；

自动进样器；

超声波清洗器

过滤器：滤膜孔径约0.45 μm。

4.6.4 溶液的配制

4.6.4.1 标样溶液的配制

分别准确称取精喹禾灵标准品约0.05g和乙羧氟草醚0.02g（精确至0.0002g）置于50mL容量瓶中，用乙腈溶解后冷却至室温并稀释至刻度，摇匀，备用。

4.6.4.2 试样溶液的配制

准确称取含精喹禾灵约0.05g样品（精确至0.0002g）置于50mL容量瓶中，用乙腈溶解后冷却至室温并稀释至刻度，摇匀，备用。

4.6.5 操作条件

流动相：ψ（乙腈+0.1%磷酸水溶液）=80+20

流速：1.0 mL/min

柱温：40℃

进样量：5 μL

检测波长：254 nm

保留时间：精喹禾灵约7.6min；乙羧氟草醚约6.6min（见图5，图6）

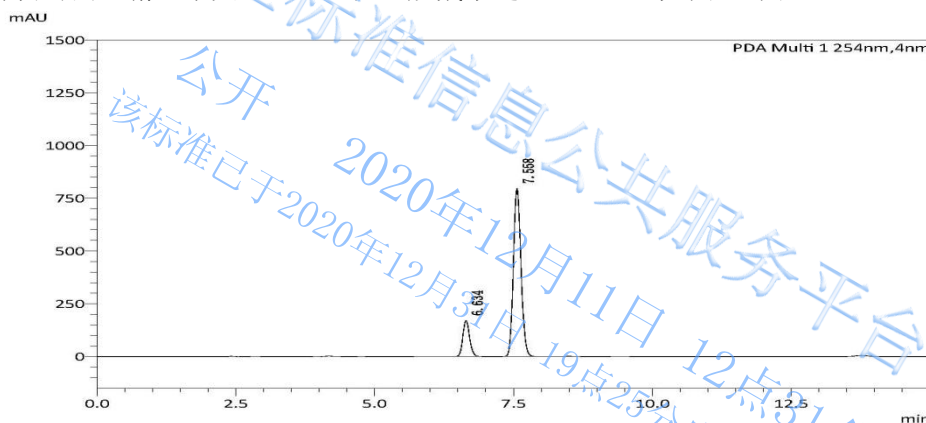


图5 精喹禾灵、乙羧氟草醚标样色谱图

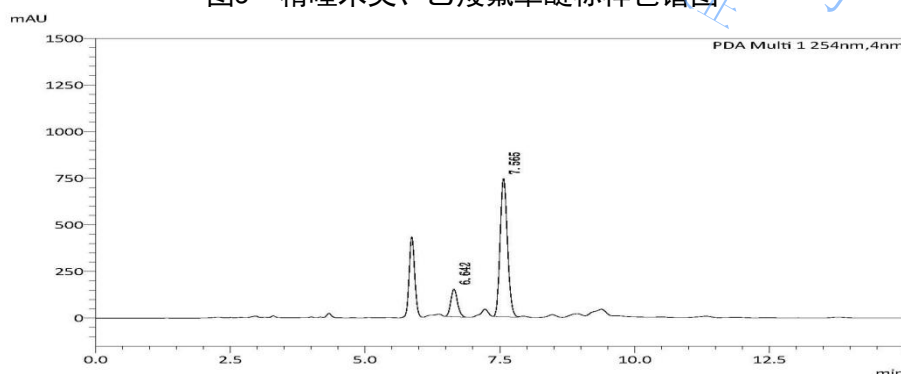


图6 试样中精喹禾灵、乙羧氟草醚液相色谱图



6.6 测定步骤

在本方法色谱条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，计算各针相对响应的值，待相邻两针的相对响应值的变化 $<1.0\%$ 时，再按标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

4.6.7 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精噻禾灵总酯（或乙羧氟草醚）峰面积分别进行平均。试样中精噻禾灵总酯（或乙羧氟草醚）的质量分数 X_1 ，按式(1)计算：

$$X_1 = \frac{A_1 \times m_2 \times P}{A_2 \times m_1} \dots\dots\dots (4)$$

A_1 —试样溶液中精噻禾灵总酯（或乙羧氟草醚）峰面积的平均值；

A_2 —标样溶液中精噻禾灵总酯（或乙羧氟草醚）峰面积的平均值；

m_1 —试样的质量，g；

m_2 —精噻禾灵（或乙羧氟草醚）标准品的质量，g；

P —精噻禾灵（或乙羧氟草醚）的质量百分含量

试样中精噻禾灵质量分数 X_2 （%），按下例公式计算：

$$X_2 = X_1 \times K \dots\dots\dots (5)$$

4.6.8 允许差

两次平行测定结果之差精噻禾灵不大于 0.3% ，乙羧氟草醚不大于 0.2% 。

4.7 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.8 透明温度范围

按 HG/T 2467.10-2003 中 4.8 进行。

4.9 乳液稳定性试验

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

4.10 持久起泡性试验

按 GB/T 28137 进行。

4.11 低温稳定性试验

按 GB/T 19137-2003 中 2.1 进行。经轻微搅动，无可见的粒子和油状物为合格。

4.12 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136-2003 中的 2.1 进行，将试样置于安瓿瓶中，在 $54 \pm 2^\circ\text{C}$ 下贮存14d后，于 24h 内完成对有效成分质量分数等项目的测定，有效成分草胺磷、精噻禾灵、乙羧氟草醚的相对分解率均不大于 5%，pH 值、乳液稳定性符合标准要求为合格。

4.13 产品的检验与验收

应符合 GB/T 1604 的规定。极限数值的处理，采用修约值比较法。

5 标志、标签、包装、贮运

5.1 23%草胺磷·精噻禾·乙羧氟微乳剂的标志、标签和包装应符合 GB 3796 和 GB 4838 中的规定，并应有农药生产批准证书号、农药登记证号、标准编号和商标。

5.2 23%草胺磷·精噻禾·乙羧氟微乳剂可采用聚酯瓶包装，规格为 50mL 或 100mL，外包装为钙塑箱或纸板箱。根据用户要求或定货协议，可以采用其他形式的包装，但要符合 GB 4838 中的有关规定。



- 3 23%草铵膦·精喹禾·乙羧氟微乳剂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。
- 5.5 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，使用注意事项、中毒症状、解毒方法和急救措施等。使用本品时应戴防手套、防毒面具、穿干净的防护服。施药后应立即用肥皂和水洗净。如误服应清洗口部并催吐，如溅入眼内，应用大量清水冲洗，如发生中毒现象，应及时送医院治疗。
- 5.6 保证期：在规定的贮运条件下，23%草铵膦·精喹禾·乙羧氟微乳剂的保证期，从生产日期算起为两年。

企业标准信息公共服务平台
公开
2020年12月11日 12点31分
该标准已于2020年12月31日 19点25分废止

企业标准信息公共服务平台
公开
2020年12月11日 12点31分
该标准已于2020年12月31日 19点25分废止