



Q/HSNK

甘肃华实农业科技有限公司企业标准

Q/HSNK 049—2020

代替 Q/HSNK 049-2017

企业标准信息公共服务平台
公开
2021年01月07日 17点27分

3%硝钠·胺鲜酯可溶液剂

企业标准信息公共服务平台
公开
2021年01月07日 17点27分

2020-09-1 发布

2020-09-15 实施

甘肃华实农业科技有限公司 发布



前 言

本标准根据GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准由甘肃华实农业科技有限公司提出。

本标准起草单位：甘肃华实农业科技有限公司。

标准主要起草人：穆岗浪、雷振、程杰、杨向良。

本标准首次发布实施日期：2017年07月, 2020年9月第二次发布实施。

企业标准信息公共服务平台
2021年01月07日 17点27分

企业标准信息公共服务平台
公开
2021年01月07日 17点27分



3%硝钠·胺鲜酯可溶液剂

有效成分**复硝酚钠**、**胺鲜酯**的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

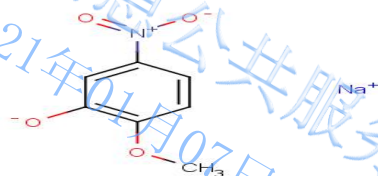
1、复硝酚钠（5-硝基邻甲氧基苯酚钠、邻硝基苯酚钠、对硝基苯酚钠）

a、5-硝基邻甲氧基苯酚钠

ISO 通用名称：Nitroguaiacolsodiumsalt；

CA 登记号：67233-85-6；

结构式：



分子式：C₇H₆NO₄Na

相对分子量：191.12；

熔点：105℃-106℃（游离酸）；

溶解度：游离酸状态下可溶于水，易溶于乙醇、丙酮、三氯甲烷等有机溶剂；

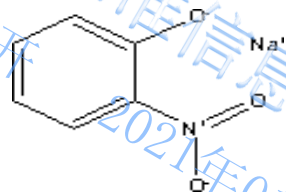
稳定性：常规条件下贮存稳定。

b、邻硝基苯酚钠

ISO 通用名称：Sodium 2-nitrophenolate；

CA 登记号：824-39-5；

结构式：



分子式：C₆H₄NO₃Na

相对分子量：161.10；

熔点：44.9℃（游离酸）；

溶解度：游离酸状态下可溶于水，易溶于乙醇、乙醚、丙酮、三氯甲烷等有机溶剂；

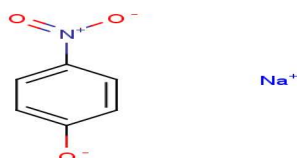
稳定性：常规条件下贮存稳定。

c、对硝基苯酚钠

ISO 通用名称：Sodium 4-nitrophenoxide；

CA 登记号：824-78-2；

结构式：



分子式：C₆H₄NO₃Na；

相对分子量：161.10；



熔点：113℃-114℃（游离酸）；

溶解度：游离酸状态下可溶于水，易溶于乙醇、丙酮、三氯甲烷等有机溶剂；

稳定性：常规条件下贮存稳定。

2) 胺鲜酯

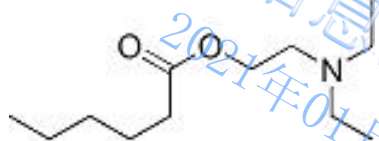
ISO 通用名称：Diethyl aminoethyl hexanoate；

CA 登记号：10369-83-2；

CIPAC 数字代号：未查询到；

化学名称：己酸二乙氨基乙醇酯；

结构式：



实验式： $C_{12}H_{25}NO_2$ ；

相对分子质量：215.33；

生物活性：植物生长调节；

理化性状：原药为白色或浅黄色片粉状结晶体，具有浅淡的油脂味和油腻感，B.P. 87~88℃/113pa，易溶于水，可溶于甲醇、乙醇、丙酮等大多数有机溶剂。

稳定性：常温下贮存非常稳定，在弱酸性和中性介质中稳定。

1 范围

本标准规定了3%硝钠·胺鲜酯可溶液剂的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运和保证期。本标准适用于由胺鲜酯、复硝酚钠原药、适宜的助剂和填料加工成的3%硝钠·胺鲜酯可溶液剂。

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 1600-2001 农药水分测定方法

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 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 19136-2003 农药热贮稳定性测定方法

GB/T 19137-2003 农药低温稳定性的测定方法

GB/T 28136-2011 农药水不溶物测定方法

GB/T 28137-2011 农药持久起泡性的测定方法

3 要求



3.1 组成和外观

本品应由符合标准的复硝酚钠、胺鲜酯原药与适宜的助剂和填料加工制成，应是稳定的淡黄至黄色均相液体，无可见的悬浮物和沉淀。

3.2 技术指标

3%硝钠·胺鲜酯可溶液剂还应符合表1的要求。

表1 3%硝钠·胺鲜酯可溶液剂控制项目指标

项 目	指 标
复硝酚钠质量分数/%	0.60 ^{+0.09} _{-0.09}
5-硝基邻甲氧基苯酚钠质量分数/%	0.10 ^{+0.01} _{-0.01}
邻硝基苯酚钠质量分数/%	0.20 ^{+0.03} _{-0.03}
对硝基苯酚钠质量分数/%	0.30 ^{+0.04} _{-0.04}
胺鲜酯质量分数/%	2.40 ^{+0.36} _{-0.36}
水分/% ≤	1.0
pH 值范围	3.5~6.5
水不溶物质量分数/% ≤	0.3
持久起泡性(1min后泡沫量) mL ≤	50
稀释稳定性(稀释 20 倍)	合格
低温稳定性 ^a	合格
热贮稳定性 ^a	合格

^a正常生产时，低温稳定性和热贮稳定性试验，每三个月至少检验一次。

4 试验方法

4.1 警示

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。

4.2 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。

4.3 抽样

按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。

4.4 鉴别试验



本鉴别试验可与复硝酚钠（5-硝基邻甲氧基苯酚钠、邻硝基苯酚钠、对硝基苯酚钠）、胺鲜酯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胺鲜酯、复硝酚钠色谱峰的保留时间，其相对差值应在1.5%以内。

4.5 5-硝基邻甲氧基苯酚钠、邻硝基苯酚钠、对硝基苯酚钠质量分数的测定

4.5.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇+水为流动相，使用以 InertsilODS-SP、5 μm 为填料的不锈钢柱和二极阵列检测器，对试样中的5-硝基邻甲氧基苯酚钠、邻硝基苯酚钠、对硝基苯酚钠进行高效液相色谱分离和测定，外标法定量。

4.5.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯；

水：新蒸二次蒸馏水，经0.45 μm微孔滤膜过滤；

5-硝基邻甲氧基苯酚钠标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ ；

邻硝基苯酚钠标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ ；

对硝基苯酚钠标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ 。

4.5.3 仪器

高效液相色谱仪，具有二极管阵列检测器；

色谱工作站；

色谱柱：250mm×4.6 (id) mm 不锈钢柱，内装 InertsilODS-SP 填充物，粒径 5 μm；

微量进样器：20 μL；

过滤器：滤膜孔径 0.45 μm；

超声波清洗器。

4.5.4 色谱操作条件

柱流动相：甲醇+磷酸二氢钾水溶液=30+70 (V+V)，经过滤膜过滤，并进行脱气；

流速：1.0 mL/min；

柱温：30℃；

检测波长：254nm；

进样体积：20 μL；

磷酸二氢钾水溶液(0.025 mol/L)：称取约3.40g磷酸二氢钾，置于1000 mL玻璃瓶中加入纯水至刻度，经过滤膜过滤，并进行脱气；

盐酸溶液：0.1 mol/L；

保留时间：对硝基苯酚钠约15.0 min、5-硝基邻甲氧基苯酚钠约17.1 min、邻硝基苯酚钠约23.8 min。

上述操作条件，系典型操作参数，可根据不同仪器特点，对给定的操作参数作适当调整，以期获得最佳效果。典型的5-硝基邻甲氧基苯酚钠、邻硝基苯酚钠、对硝基苯酚钠高效液相色谱图见图1和图2。

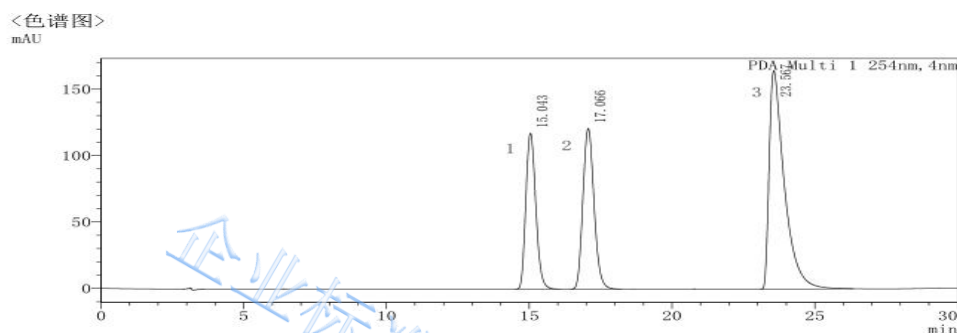


图 1. 5-硝基邻甲氧基苯酚钠、邻硝基苯酚钠、对硝基苯酚钠标样高效液相色谱图

1、对硝基苯酚钠标样高效液相色谱图

2、5-硝基邻甲氧基苯酚钠标样高效液相色谱图

3、邻硝基苯酚钠标样高效液相色谱图

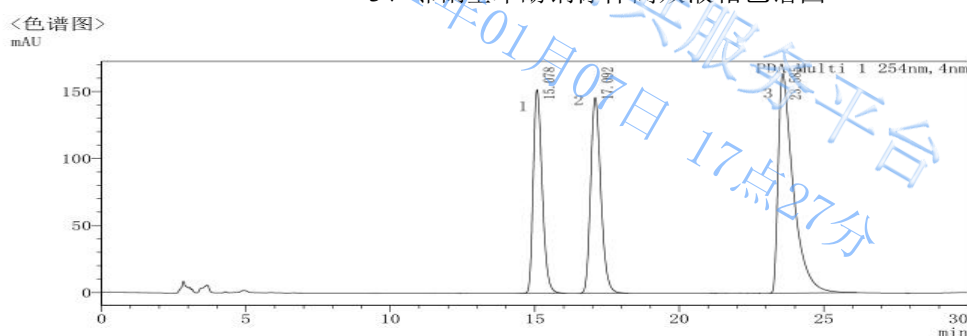


图 2. 5-硝基邻甲氧基苯酚钠、邻硝基苯酚钠、对硝基苯酚钠试样高效液相色谱图

1、对硝基苯酚钠试样高效液相色谱图

2、5-硝基邻甲氧基苯酚钠标样高效液相色谱图

3、邻硝基苯酚钠试样高效液相色谱图

4.5.5 测定步骤

4.5.5.1 标样溶液的配制

称称取5-硝基邻甲氧基苯酚钠0.024g（精确至0.00002g），邻硝基苯酚钠0.048g（精确至0.00002g）、对硝基苯酚钠0.072g（精确至0.00002g）置于同一50 mL容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀。移取2.5 mL上述溶液于10 mL容量瓶中，加入4滴甲基橙指示剂，用盐酸溶液调至橙色，用甲醇稀释至刻度，摇匀，过滤备用。

4.5.5.2 试样溶液的配制

称取约3.0g（精确至0.0002g）的试样，置于25 mL容量瓶中，加入4滴甲基橙指示剂，用盐酸溶液调至橙色，用甲醇稀释至刻度，摇匀，过滤备用。

4.5.5.3 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，计算各针的相对响应值，待相邻两针的相对响应值变化小于1.2%时，按标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

4.5.6 计算

将测得的两针试样溶液以及试样前后的两针标样溶液中5-硝基邻甲氧基苯酚钠、邻硝基苯酚钠、对



硝基苯酚钠的峰面积分别进行平均，试样中复硝酚钠的质量分数 X_1 按式 (1) 计算：

$$X_1 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot P}{A_1 \cdot m_2 \times 8} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

X_1 ——试样中5-硝基邻甲氧基苯酚钠或邻硝基苯酚钠或对硝基苯酚钠的质量分数，数值以%表示；

m_1 ——5-硝基邻甲氧基苯酚钠或邻硝基苯酚钠或对硝基苯酚钠标样的质量，单位为克 (g)；

A_2 ——试样溶液中，5-硝基邻甲氧基苯酚钠或邻硝基苯酚钠或对硝基苯酚钠峰面积的平均值；

P ——标样中5-硝基邻甲氧基苯酚钠或邻硝基苯酚钠或对硝基苯酚钠的质量分数，数值以%表示；

m_2 ——试样的质量，单位为克 (g)；

A_1 ——标样溶液中，5-硝基邻甲氧基苯酚钠或邻硝基苯酚钠或对硝基苯酚钠峰面积的平均值。

8——稀释倍数。

4.5.7 允许差

两次平行测定结果之相对差，5-硝基邻甲氧基苯酚钠或邻硝基苯酚钠或对硝基苯酚钠应不大于10%，取其算数平均值作为测定结果。

4.6 胺鲜酯质量分数的测定

4.6.1 方法提要

试样以邻苯二甲酸二乙酯为内标，样品使用内标液和甲醇溶解，使用 HP-5 石英毛细管柱分流进样装置和氢火焰离子化检测器，对试样中的胺鲜酯进行气相色谱分离和测定，内标法定量。

4.6.2 试剂和溶液

丙酮：色谱纯；

甲醇：色谱纯；

胺鲜酯标样：已知质量分数， $\omega \geq 98.0\%$ ；

内标物：邻苯二甲酸二乙酯（应不含有干扰分析的杂质）；

内标溶液：称取1.0g邻苯二甲酸二乙酯，用丙酮溶解并稀释至100mL，混匀，备用。

4.6.3 仪器

高气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器；

色谱柱：HP-5（30m×0.32mm×0.25μm）石英毛细管柱； 色谱工作站；

微量进样器：10.0μL；

进样系统：具有分流和石英内衬装置。

4.6.4 高效气相色谱操作条件

温度：柱室140℃（保持15 min），气化室260℃，检测室240℃；

气体流量：载气（N₂）：2 mL/min，氢气：40 mL/min，空气：400 mL/min，尾吹（N₂）：40 mL/min；

分流比：70：1；

进样体积：1.0μL；

保留时间：胺鲜酯约4.0 min，邻苯二甲酸二乙酯约7.8 min。

上述气相色谱条件，系典型操作参数，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。典型的胺鲜酯气相色谱图参见图3、图4。

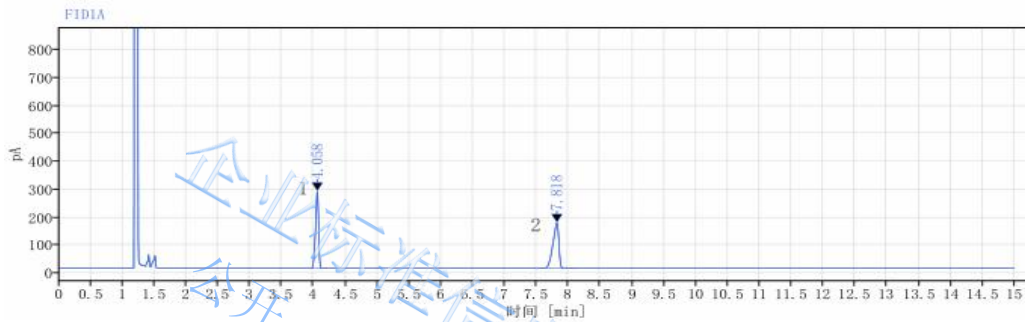


图 3. 胺鲜酯标样气相色谱图

1、胺鲜酯标样气相相色谱图

2、邻苯二甲酸二乙酯标样气相色谱图

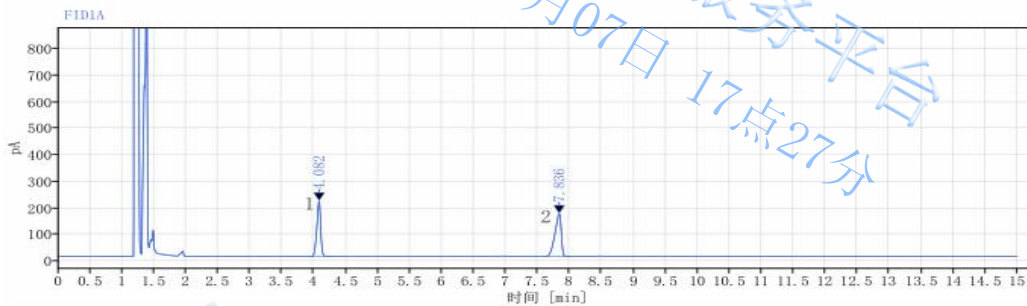


图 4. 胺鲜酯试样气相色谱图

1、胺鲜酯试样气相相色谱图

2、邻苯二甲酸二乙酯试样气相色谱图

4.6.5 测定步骤

4.6.5.1 标样溶液的配制

称取胺鲜酯标样 0.5g (精确至 0.0002g) 置于 25mL 容量瓶中, 加入甲醇溶解、定容至刻度, 混匀。然后用移液管准确移取 2.5mL 于 10 毫升容量瓶中, 再用另一只移液管准确移入 5mL 内标液, 用甲醇定容至刻度, 混匀, 备用。

4.6.5.2 试样溶液的配制

称取约 2.0g (精确至 0.0002g) 的样品置于 10mL 容量瓶中, 用移液管准确移入 5 mL 内标溶液, 再用甲醇定容至刻度, 混匀, 备用。

4.6.5.3 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, 直至相邻两针胺鲜酯与内标物的响应值之比变化小于 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。

4.6.6 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胺鲜酯与内标物峰面积之比, 分别进行平均。试样中胺鲜酯的质量分数按 X_2 式 (2) 计算:

$$X_2 = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot P}{r_1 \cdot m_2 \times 10} \dots\dots\dots (2)$$



- X_2 ——试样中胺鲜酯的质量分数，数值以%表示；
 r_1 ——标样溶液中，胺鲜酯与内标物峰面积之比的平均值；
 m_1 ——胺鲜酯标样的质量，单位为克（g）；
 P ——标样中胺鲜酯的质量分数，数值以%表示；
 r_2 ——试样溶液中，胺鲜酯与内标物峰面积积之比的平均值；
 m_2 ——试样的质量，单位为克（g）。
10——稀释因子

4.6.7 允许差

两次平行测定结果之相对差，应不大于5%，取其算术平均值，作为测定结果。

4.7 水分

GB/T 1600-2001 农药水分测定方法中“卡尔·费休法”进行。

4.8 pH值的测定

按 GB/T 1601-1993 进行。

4.9 水不溶物的测定

按 GB/T 28136-2011 进行。

4.10 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137-2011 进行。

4.11 稀释稳定性的测定

4.11.1 仪器和试剂

- 标准硬水： $\rho(\text{Ca}^{2+}+\text{Mg}^{2+})=342\text{mg/L}$ ；
量筒：100mL；
恒温水浴： $30^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ （或 $20^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ ）。

4.11.2 试验步骤

移液管吸取5mL试样，置于100mL量筒中，加标准硬水至刻度，混匀。将此量筒放入 $30^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 恒温水浴中，静置1h。稀释液均一、无析出物为合格。

4.12 低温稳定性

按GB/T 19137-2003中“乳剂和均相液体制剂”进行，分离出的固体和（或）液体的体积不大于0.3mL为合格。

4.13 热贮稳定性

按GB/T 19136-2003中“液体制剂”进行。热贮后，5-硝基邻甲氧基苯酚钠、邻硝基苯酚钠、对硝基苯酚钠和胺鲜酯质量分数不低于热贮前测得质量分数的95%，pH值、水不溶物、水分、持久起泡性和稀释稳定性仍应符合表1要求，则产品的热贮稳定性试验为合格。



4.14 检验与验收

应符合 GB/T 1604-1995 有关规定，极限数值的处理采用修约值比较法。

5 标志、标签、包装、贮运、安全和质量保证期

5.1 标志、标签、包装

3%硝钠·胺鲜酯可溶液剂的标志、标签、包装，应符合 GB 3796-2006 中的规定，并应有农药生产许可证号、农药登记证号、产品标准号。

3%硝钠·胺鲜酯可溶液剂采用聚酯瓶，并附有检验合格证。根据用户的要求或订货协议，可以采用其它形式的包装，但要符合 GB 3796-2006 中的有关规定。

5.2 贮运

本品应贮存在干燥、阴凉、通风、防雨处，远离火源或热源。置于儿童、无关人员及动物接触不到的地方，并加锁保存。勿与食品、饮料、饲料等其他商品同贮同运。

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、中毒症状、解毒方法和急救措施。

5.4 质量保证期

在规定的贮运条件下，3%硝钠·胺鲜酯可溶液剂的质量保证期，从生产日期算起为两年，在质量保证期内，其各项指标均应符合标准要求。

公开
2021年01月07日 17点27分
标准信息公共服务平台