



Q/370281FBN

青岛丰邦农化有限公司企业标准

Q/370281FBN 013-2020

20%敌草快二氯盐可溶液剂

2020-05-01 发布

2020-06-01 实施

青岛丰邦农化有限公司

发布



前 言

本标准附录 A、B、C、D、E 是资料性附录。

本标准由青岛丰邦农化有限公司提出。

本标准由青岛丰邦农化有限公司归口。

本标准起草单位：青岛丰邦农化有限公司。

本标准主要起草人：靳培智。

本标准首次发布时间：2020 年 5 月。

企业标准信息公共服务平台
公开
2020年07月02日 09点01分



20%敌草快二氯盐可溶液剂

该产品中有效成分敌草快的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

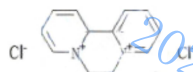
a) 敌草快二氯盐

ISO 通用名称: diquat dichloride ; Diquat hydrochloride

化学名称: 1,1'-亚乙基-2,2'-联吡啶二氯盐

CAS 登录号: 4032-26-2

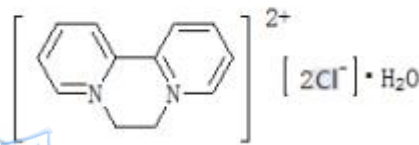
结构式:



实验式: $C_{12}H_{12}Cl_2N_2$

相对分子质量 (按 2016 年国际相对原子质量计): 255.1

注: 敌草快原药以含一个结晶水的二氯化物的形式存在
结构式为:



实验式: $C_{12}H_{12}N_2Cl_{12} \cdot H_2O$

相对分子质量 (按 2016 年国际相对原子质量计): 273.1

生物活性: 除草

蒸气压: <10Pa (一水合)

溶解度 (20℃): 水中 700g/L, 微溶于乙醇和羟基溶剂, 不溶于非极性有机溶剂。

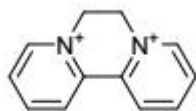
稳定性: 在酸性和中性溶液中稳定, 但在碱性条件下不稳定。

b) 敌草快阳离子

ISO 通用名称: diquat

化学名称: 1,1'-乙撑-2,2'-联吡啶阳离子

结构式:



实验式: $C_{12}H_{12}N_2$

相对分子质量 (按 2016 年国际相对原子质量计): 184.2

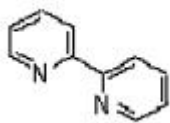
c) 本产品相关杂质

1) 2,2'-联吡啶的其他名称、结构式和基本物化参数如下:

英文名称: 2,2'-Dipyridyl

CAS 登记号: 366-18-7

结构式:



实验式： $C_{10}H_8N_2$

相对分子质量（按 2016 年国际相对原子质量计）：156.2

性状：白色至浅红色结晶性粉末

熔点（ $^{\circ}C$ ）：69.5

沸点（ $^{\circ}C$ ）：272~273

易溶于乙醇、乙醚、苯、三氯甲烷、石油醚。可燃；燃烧产生有毒氮氧化物烟雾。

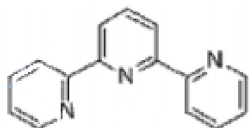
2) 2, 2', 6, 6', 2'', 2'''-三联吡啉的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

英文名称：2, 2' : 6, 6' , 2'' : 2'''-Terpyridine

中文别名： α, α, α -三联吡啉

CAS 登记号：1148-79-4

结构式：



实验式： $C_{15}H_{11}N_3$

相对分子质量（按 2016 年国际相对原子质量计）：233.3

性状：白色至灰黄绿色结晶

熔点（ $^{\circ}C$ ）：90~93

沸点（ $^{\circ}C$ ）：370

3) 1, 2-二氯乙烷的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

英文名称：1, 2-Dichloroethane

CAS 登记号：107-06-2

结构式：



实验式： $C_2H_4Cl_2$

相对分子质量（按 2016 年国际相对原子质量计）：98.95

性状：无色透明油状液体

熔点（ $^{\circ}C$ ）：-35

沸点（ $^{\circ}C$ ）：83

1 范围

本标准规定了 20%敌草快二氯盐可溶液剂的要求、试验方法、验收、质量保证期以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由敌草快二氯盐母药和必要的助剂加工成的 20%敌草快二氯盐可溶液剂。

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 农药 pH 值的测定方法
 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/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 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 2467.7-2003 农药可溶液剂产品标准编写规范

3 要求

3.1 组成和外观：本品由符合标准的敌草快二氯盐母药和必要的助剂制成，无可见的悬浮物和沉淀，均相液体。

3.2 20%敌草快二氯盐可溶液剂应符合表 1 要求。

表 1 20%敌草快二氯盐可溶液剂控制项目指标

项 目		指 标
敌草快	二氯盐质量分数，%	20.0±1.2
	阳离子质量分数，%	14.4±0.9
氯离子，%	≥	5.2
2, 2'-二联吡啶质量分数，%	≤	0.075
总三联吡啶，mg/kg	≤	1.0
二氯乙烷，%	≤	0.001
pH 值范围		3.0~8.0
稀释稳定性（稀释 20 倍）		合格
持久起泡性(1min 后泡沫量), mL	≤	60
低温稳定性 ^a		合格
热贮稳定性 ^b		合格
1) 正常生产时, 氯离子、2, 2'-二联吡啶、总三联吡啶、二氯乙烷质量分数及低温稳定性和热贮稳定性试验, 每 3 个月至少进行 1 次。 2) 质量分数发生争议时, 以敌草快二氯盐为准。		

4 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 200mL。

4.2 鉴别试验

4.2.1 敌草快鉴别试验

本鉴别试验可与敌草快质量分数的测定同时进行。在相同条件下，试样溶液某一色谱峰的保留时间与标样溶液中敌草快色谱峰的保留时间，其相对差值应在 1.5% 以内。

4.2.2 氯离子鉴别试验

高效液相色谱法-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氯离子



色谱峰的保留时间，起相对差值应在 1.5%以内。

4.3 敌草快二氯盐质量分数的测定

4.3.1 方法提要

试样用水溶解，以蒸馏水+乙腈为流动相，敌草快二氯盐为标样，使用装有紫外可变波长检测器（310nm），对试样中的敌草快进行高效液相色谱分离和测定，外标法定量。

4.3.2 试剂和溶液

庚烷磺酸钠；

乙腈：HPLC 级；

磷酸；

三乙胺；

水：新蒸二次蒸馏水；

以上试剂均经过滤，超声波脱气后使用。

敌草快二氯盐标准品：（使用前须在 105℃干燥 4h 以上）；已知准确质量分数 $\geq 97.5\%$ 。

4.3.3 仪器

高效液相色谱仪：具可变波长紫外检测器；

色谱柱：Hypersil ODS2 5 μ m 4.6mm (id) \times 150mm；

保干器；

微量注射器：1mL；

定量进样管：5 μ L。

4.3.4 高效液相色谱操作条件

流动相：水+乙腈=80+20 (V/V)，500mL 流动相中加入 1.0g 庚烷磺酸钠+4mL 三乙胺，用磷酸调至 pH=2.5；

流速：1.0mL/min；

检测波长：310nm；

进样体积：5 μ L；

柱温：室温（温差变化不大于 2℃）；

保留时间：敌草快约 2.3min。

上述操作参数是典型操作参数，可根据不同仪器及色谱柱特点，对给定操作参数作适当调整，以期获得最佳效果。典型敌草快高效液相色谱图见附录 A。

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液的制备

将敌草快二氯盐标样以 150℃的温度烘 4 个小时，烘干至恒重，然后取出放置于保干器中，待其冷却至室温后称取 0.042g (准确至 0.0002g) 左右，置于 50mL 容量瓶中，加水溶解并摇匀，定容。

4.3.5.2 试样溶液的制备

准确称取含敌草快二氯盐约 0.042g (准确至 0.0002g) 的试样于 50mL 容量瓶中，加水溶解并摇匀，定容。

4.3.5.3 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，待相邻两针敌草快响应值相对变化小于 1%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。

4.3.6 测定步骤

根据两针试样溶液和两针标样溶液所得谱图，试样中敌草快二氯盐质量分数 X_1 (%) 和敌草快阳离子的质量分数 X_2 (%)，分别按式 (1)、(2) 计算：

$$A_2 \cdot m_1 \cdot P$$



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

$$X_2 = X_1 \times 0.7220 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

A_1 —标样溶液中敌草快峰面积的平均值；

A_2 —试样溶液中敌草快峰面积的平均值；

m_1 —敌草快二氯盐标样的质量，g；

m_2 —试样的质量，g；

P —标样中敌草快二氯盐的质量分数，%；

0.7220—敌草快阳离子与敌草快二氯盐分子量之比。

4.3.7 允许差

两次平行测定结果的相对偏差，应不大于0.5%。

4.4 氯离子质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样用水溶解，以碳酸钠和碳酸氢钠混合水溶液为淋洗液，使用以AS23为填料的阴离子交换柱和电导检测器，对试样中的氯离子进行色谱分离，外标法定量。

4.4.2 试剂和溶液

水：超纯水；

氯化钠标样：已知质量分数 $\geq 99.99\%$ 。

4.4.3 仪器

液相色谱仪：Dionex ICS 600 离子色谱仪；

色谱柱：250mm \times 4.0mm(i.d.) Dionex IonPac AS11 PFIC Analytical。

4.4.4 离子色谱操作条件

淋洗液：4.5mmol/L 碳酸钠和 0.8mmol/L 碳酸氢钠混合水溶液；

流速：1.0mL/min；

柱温：室温；

检测波长：320nm；

进样体积：10 μ L；

抑制器电流：25mA；

保留时间：氯离子约 7.3min。

上述液相操作条件，系典型操作参数。可根据不同仪器特点对操作参数作适当调整，以期获得最佳效果。典型的氯离子色谱图见图B。

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 氯化钠标样溶液的制备

称取氯化钠标样 0.07g 左右（精确至 0.00001g），置于 50mL 容量瓶中，加水定容至刻度，摇匀。用移液管吸取上述标样 1.0mL 置于 50mL 容量瓶中，加水定容至刻度，摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的制备

称取敌草快二氯盐可溶液剂约 0.50g 左右的试样（精确至 0.00001g），置于 50mL 容量瓶中，加水溶解并定容至刻度，摇匀。用移液管吸取上述标样 1.0mL 置于 50mL 容量瓶中，加水定容至刻度，摇匀。

4.4.5.3 测定

在上述操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针氯化钠标样溶液，直至相邻两针氯化钠的峰面积相对变化小于 1.5%后，按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进样测定。在相同的离子色谱条件下，试样溶液中氯离子色谱峰的保留时间与标样溶液中氯离子色谱峰的保留时间，其相对差



值在 1.5%以内，则确定试样中存在氯离子。

4.4.6 计算

试样中氯离子的质量分数 X_3 (%)，按式 (3) 计算：

$$X_3 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot P}{A_1 \cdot m_2} \times \frac{M_1}{M_2} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

A_1 —标样溶液中，氯离子峰面积的平均值；

A_2 —试样溶液中，氯离子峰面积的平均值；

m_1 —氯化钠标样的质量，g；

m_2 —试样的质量，g；

P —氯化钠标样中氯化钠的质量分数，%；

M_1 —氯化钠标样中 Cl⁻离子的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔 (g/mol)， M_1 (Cl⁻) =35.45；

M_2 —氯化钠标样中氯化钠的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔 (g/mol)， M_2 (NaCl) =58.44。

4.4.7 允许差

两次平行测定结果之差应不大于 3.0%，取其算术平均数作为测定结果。

4.5 2, 2'-二联吡啶的测定

4.5.1 方法提要

标样用三氯甲烷溶解，试样用三氯甲烷萃取。以邻苯二甲酸二乙酯为内标物，使用 HP-5 毛细管柱和氢火焰离子化检测器，对试样中的 2,2'-二联吡啶进行气相色谱分离和测定。

4.5.2 试剂和溶液

三氯甲烷；

2, 2'-二联吡啶标样：已知准确质量分数 $\geq 98.0\%$ ；

内标物：邻苯二甲酸二乙酯；

内标溶液：称取 6.0g 内标物至 500mL 容量瓶中，加入三氯甲烷溶解，并稀释至刻度，摇匀；

NaOH 溶液：c (NaOH) =1mol/L；

HCl 溶液：c (HCl) =1mol/L。

4.5.3 仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器；

色谱柱：30m×0.32mm (i. d.) 毛细柱，内壁涂 HP-5 (5% 二苯基+95% 二甲基聚硅酮)，膜厚 0.25 μ m；

4.5.4 色谱操作条件

气体流速 (mL/min)：载气 (N₂) 2.0，氢气 (H₂) 40，空气 300；

进样体积：1 μ L；

柱温：100℃ (保持 3min)，以 10℃/min 升温至 250℃，保持 2min；气化温度 250℃；检测温度 260℃；

保留时间：2, 2'-二联吡啶 9.2min；内标物 11.0min。

上述操作参数是典型操作参数，可根据不同仪器及色谱柱特点，对给定操作参数作适当调整，以期获得最佳效果。典型 2, 2'-二联吡啶气相色谱图见附录 C。

4.5.5 测定步骤

4.5.5.1 标样溶液的制备

准确称取 2, 2'-二联吡啶标样 0.02g (准确至 0.0002g) 于 100mL 容量瓶中，用移液管吸取 2mL 内标溶液置该容量瓶中，用三氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀。

4.5.5.2 试样溶液的制备



称取 30.0g (准确至 0.1g) 样品, 用 NaOH 溶液或 HCL 溶液将 pH 调至 7.5。用 70mL 三氯甲烷分三次萃取 (取下层清液) 至 100mL 容量瓶中, 再移取 2mL 内标溶液至该容量瓶中, 最后用三氯甲烷稀释至刻度, 摇匀。

4.5.5.3 测定

在上述操作条件下, 待仪器稳定后, 连续注入数针标样溶液, 待相邻两针 2, 2'-二联吡啶与内标物峰面积的比相对变化小于 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。

4.5.6 测定步骤

试样中 2, 2'-二联吡啶的质量分数 X_i (%) , 按式 (4) 计算:

$$X_i = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot w}{r_1 \cdot m_2} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

r_1 —标样溶液中 2, 2'-二联吡啶与内标物峰面积之比的平均值;

r_2 —试样溶液中 2, 2'-二联吡啶与内标物峰面积之比的平均值;

m_1 —标样的质量, g;

m_2 —试样的质量, g;

w —标样的质量分数, %。

4.5.7 允许差

两次平行测定结果之相对差应不大于 30%, 取其算数平均值做为测定结果。

4.6 总三联吡啶的测定

4.6.1 方法提要

三联吡啶及异构体通过乙酸乙酯从样品中萃取出。然后将萃取液通过固相萃取柱 (SPE) 有选择性的去除其他杂质, 用高效液相色谱-串联四级杆质谱联用仪进行检测。采用多种反应检测模式 (MRM), 对样品中的总三联吡啶的质量分数进行测定。

4.6.2 试剂和溶液

乙酸乙酯: 色谱级;

乙腈: 色谱级;

二乙胺;

三氟乙酸;

2, 2': 6', 2''-三联吡啶标样: 已知 2, 2': 6', 2''-三联吡啶质量分数 $\geq 98.0\%$;

氢氧化钠水溶液: $c(\text{NaOH}) = 1\text{mol/L}$;

氯化钠水溶液: 室温下饱和溶液 (约 6mol/L);

乙酸乙酯-三氟乙酸溶液: 先加入乙酸乙酯 (100mL) 至干净的容量瓶中, 然后再加入三氟乙酸 (5mL) 并混匀;

乙腈-水-三氟乙酸溶液: 先将乙腈 (70mL) 和水 (30mL) 在干净的容量瓶中混合在一起, 再加入三氟乙酸 (1mL) 后混匀;

乙腈-水-二乙胺溶液: 先将乙腈 (70mL) 和水 (30mL) 在干净的玻璃瓶中混合在一起, 再加入二乙胺 (5mL) 后混匀 (此溶液需随用随配);

流动相 A: 在盛有 1000mL 水的量筒中加入二乙胺 (2mL), 混匀, 脱气备用;

流动相 B: 在盛有 1000mL 乙腈的量筒中加入二乙胺 (2mL), 混匀, 脱气备用;

2, 2': 6', 2''-三联吡啶标样溶液的配制: 称取 $12.5 \pm 0.5\text{mg}$ 2, 2': 6', 2''-三联吡啶标样于 25mL 容量瓶中, 用乙腈稀释至刻度, 得标准溶液 A。移取 1.0mL A 溶液至 10mL 容量瓶中, 用乙腈稀释至刻度, 得标准溶液 B。再移取 B 溶液 0.5mL 至 50mL 容量瓶中, 用乙腈稀释至刻度, 得溶液 C 即为标样溶液。

4.6.3 仪器



高效液相色谱串联四级杆质谱联用仪；

色谱柱：150mm×4.6mm (i. d.) 不锈钢柱，内装 C₈、5 μm 填充物；

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm；

实验室用离心机：转速不低于 2500rpm；

Oasis MCX 或等效的强阳离子固相萃取柱 (SPE)：载样量 60mg；粒径 30 μm；

超声波清洗器。

4.6.4 操作条件

流动相：检测过程中对 A 溶液与 B 溶液比例进行梯度设定（具体设定内容见表 2）

表 2 流动相设定条件

时间 (min)	%A	%B
0	35	65
3	35	65
3.5	0	100
7.5	0	100
7.6	35	65
12	35	65

柱温 (°C)：40；

流速 (mL/min)：0.5；

进样体积：20 μL；

保留时间 (min)：2, 2'：6'，2''-三联吡啶 3.9；其他异构体：因样品而定。

4.6.5 质谱条件

扫描方式：MRM；

离子源：ESI+；

源温：130°C；

脱溶剂气温度：550°C；

锥孔电压：40V；

碰撞气体：氩气；

碰撞能量：30eV；

MRM 通道设定 (m/z)：234→78；234→130；234→155；234→207。

4.6.6 测定步骤

4.6.6.1 称取试样 3.0g 于离心管中，依次加入 0.1mL 二乙胺和 2mL NaOH 溶液，再加入 10mL 乙酸乙酯后盖紧盖子，翻转数次至混合混匀，静置 5min。在离心机中以 2500r/min 离心 2min 分层。

4.6.6.2 SPE 柱清洗：按照 3mL 乙腈→2mL 水→3mL NaCl 水溶液→3mL 水→3mL 乙腈顺序依次淋洗每个 SPE 柱。备用 2 根经过预处理 SPE 柱（以下简称柱 1、柱 2）。

4.6.6.3 准确移取离心分层后样品上层清液 5mL，将清液注入柱 1，再移取 2mL 乙酸乙酯洗脱柱 1，收集所有洗脱液，向其中加入 0.75mL 三氟乙酸进行酸化，得溶液 A 于试管中。再将溶液 A 注入柱 2，使其通过柱 2，之后用 2mL 乙酸乙酯-三氟乙酸溶液冲洗该试管，之后将该洗涤液通过柱 2，再移取 2mL 乙腈-水-三氟乙酸溶液淋洗柱 2，此时所有洗涤液不收集。最后，准确移取 2mL 乙腈-水-二乙胺溶液于柱 2 中进行洗脱，收集该洗脱液 B，即为最终试样溶液。

4.6.7 三联吡啶异构体的确定

计算 MRM 响应值 R：

$$R = \frac{AS_{234 \rightarrow 78} + AS_{234 \rightarrow 155}}{\dots\dots\dots} \quad (5)$$



$$AS_{234}^{> 207} + AS_{234}^{> 130}$$

式中:

$As_{234}^{> 78}$: 234→78m/z 通道的峰面积;

$As_{234}^{> 155}$: 234→155m/z 通道的峰面积;

$AA_{234}^{> 207}$: 234→207m/z 通道的峰面积;

$s_{234}^{> 130}$: 234→130m/z 通道的峰面积。

对于每个样品溶液在上述四个通道所检测出的峰, 所得 R 值需在标样溶液所得 R 平均值的±50%范围之内, 否则认为该峰不是三联吡啶或其异构体。之后将三联吡啶及所有异构体含量相加, 为总三联吡啶含量。典型质谱图如附录 D。

4.6.8 计算

三联吡啶异构体质量分数 X_6 按式 (6) 进行, 总三联吡啶为各异构体质量分数相加之和。

$$X_6 = \frac{Aw \times \frac{m_1 \times 0.5}{25 \times 10 \times 50} \times w}{\frac{m_2}{10} \times \frac{5}{2} \times As} \times 10^4 = \frac{Aw \times m_1 \times w}{6250 \times m_2 \times As} \times 10^4 \dots \dots \dots (6)$$

式中:

X_6 -三联吡啶异构体质量分数, 单位为毫克每千克 (mg/kg);

Aw -样品溶液中 2, 2', 2''-三联吡啶在 234→155m/zMRM 通道的峰面积;

m_1 -2, 2', 2''-三联吡啶标样质量, 单位为毫克 (mg);

w -2, 2', 2''-三联吡啶标样质量分数, 单位为克每千克 (g/kg);

As -标样溶液中 2, 2', 2''-三联吡啶在 234→155m/zMRM 通道的峰面积;

m_2 -称取样品质量, 单位为克 (g);

6250-转换系数。

4.7 1, 2-二氯乙烷

4.7.1 方法提要

试样用三氯甲烷萃取, 以正十二烷为内标物, 使用 HP-5 毛细管柱和氢火焰离子化检测器, 对试样中 1, 2-二氯乙烷进行气相色谱分离和测定。

4.7.2 试剂和溶液

三氯甲烷;

1, 2-二氯乙烷标样: 已知准确质量分数, ≥98.0%;

内标物: 正十二烷;

内标溶液: 称取 0.01g 内标物至 50mL 容量瓶中, 加入三氯甲烷溶解, 并用三氯甲烷稀释至刻度, 摇匀。

4.7.3 仪器

气相色谱仪: 具氢火焰离子化检测器;

色谱柱: 30mm×0.32mm (i. d.) 毛细柱, 内壁涂 HP-5 (5%二苯基+95%二甲基聚硅酮), 膜厚: 0.25 μm;

4.7.4 气相色谱操作条件

温度 (°C): 柱温 40, 保持 5min, 15°C/min 升到 160°C, 保持 5min, 35°C/min 升到 280°C, 保持 13min;

气化室 280, 检测室 280;



气体流量 (mL/min)：载气(N₂)2.0，氢气 30，空气 300；

分流比：30:1；

进样体积：1.0 μL；

保留时间 (min)：1，2-二氯乙烷约 4.5，内标物约 11.6。

上述系典型操作参数，可根据不同仪器特点，对给定操作参数做适当调整，以期获得最佳效果。典型二氯乙烷气相色谱图见附录 E。

4.7.5 测定步骤

4.7.5.1 标样溶液的配制

称取二氯乙烷标样约 0.01g (准确至 0.0001g)，置于 50mL 容量瓶中，加三氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀；用移液管吸取上述溶液 2.5mL 于 50mL 容量瓶中；再用移液管吸取 2.5mL 内标溶液 L 至该容量瓶中，用三氯甲烷，稀释至刻度，摇匀。

4.7.5.2 试样溶液的配制

称取约 25g 的试样 (准确至 0.1g)，置于分液漏斗中，用 35mL 三氯甲烷分三次萃取，合并下层清液至 50mL 容量瓶中，用移液管移取 2.5mL 内标溶液至该容量瓶中，用三氯甲烷稀释至刻度，摇匀。

4.7.5.3 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，直到相邻两次进样的 1，2-二氯乙烷与内标物的峰面积比的相对偏差小于 1.5%后，按标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

4.7.6 计算

将测得两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中 1，2-二氯乙烷与内标物峰面积之比分别进行平均。1，2-二氯乙烷的质量分数 X_7 (%)，按式 (7) 计算，

$$X_7 = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot w}{r_1 \cdot m_2 \times 20} \dots \dots \dots (7)$$

式中：

X_7 ——试样中 1，2-二氯乙烷的质量分数，以%表示；

r_1 ——标样溶液中，1，2-二氯乙烷与内标物的峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中，1，2-二氯乙烷与内标物的峰面积比的平均值；

m_1 ——标样的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g；

w ——标样中 1，2-二溴乙烷的质量分数，%；

20——稀释因子。

4.7.7 允许差

二次平行测定结果之相对差，应不大于 30%，取其算术平均值作为测定结果。

4.8 pH 值的测定

按 GB/T 1601-1993 进行。

4.9 稀释稳定性试验

4.9.1 试剂和仪器

标准硬水：342mg/L；

量筒：100mL；

恒温水浴：(30±1)℃。

4.9.2 试验步骤

用移液管吸取 5mL 试样，置于 100mL 量筒中，用标准硬水稀释至刻度，混匀。将此量筒放入 (30±2)℃ 恒温水浴中，静置 1h。稀释液均一，无析出物，为合格。



4.10 持久起泡性测定

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，储后离心管底部析物体积不大于 0.3mL 为合格。

4.12 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136-2003 中 2.1 进行。热贮后有效成分及相关杂质含量、pH 值、乳液稳定性仍符合标准要求为合格。

5 验收和质量保证期

5.1 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

5.2 质量保证期

在规定的贮运条件下，产品质量保证期从生产日期算起为 2 年，质量保质期内，各项指标均应符合标准要求。

6 标志、标签、包装、贮运

6.1 标志、标签、包装

产品的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定。

6.2 贮运

包装件应贮存在通风、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。



附录 A
(资料性附录)
色谱图

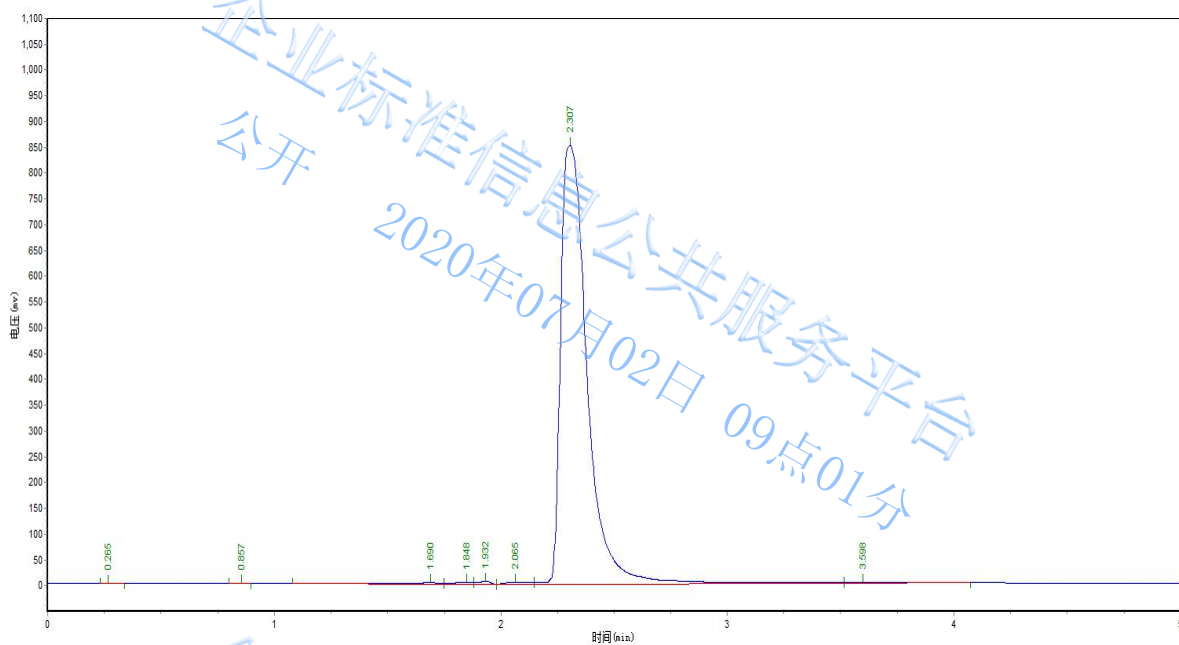


图 A. 20%敌草快二氯盐可溶液剂中敌草快典型高效液相色谱图

企业标准信息公共服务平台
公开
2020年07月02日 09点01分



附录 B
(资料性附录)
色谱图

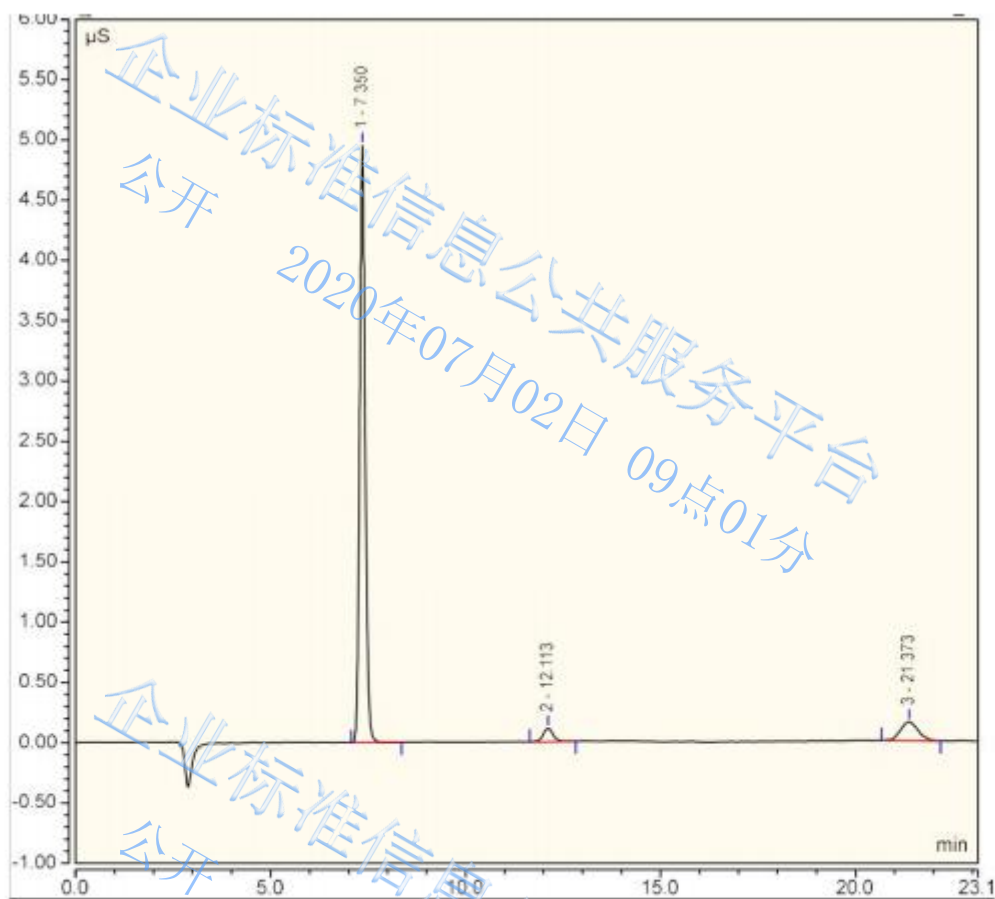


图 B. 20%敌草快二氯盐可溶液剂中氯离子高效液相色谱图



附录 C
(资料性附录)
色谱图

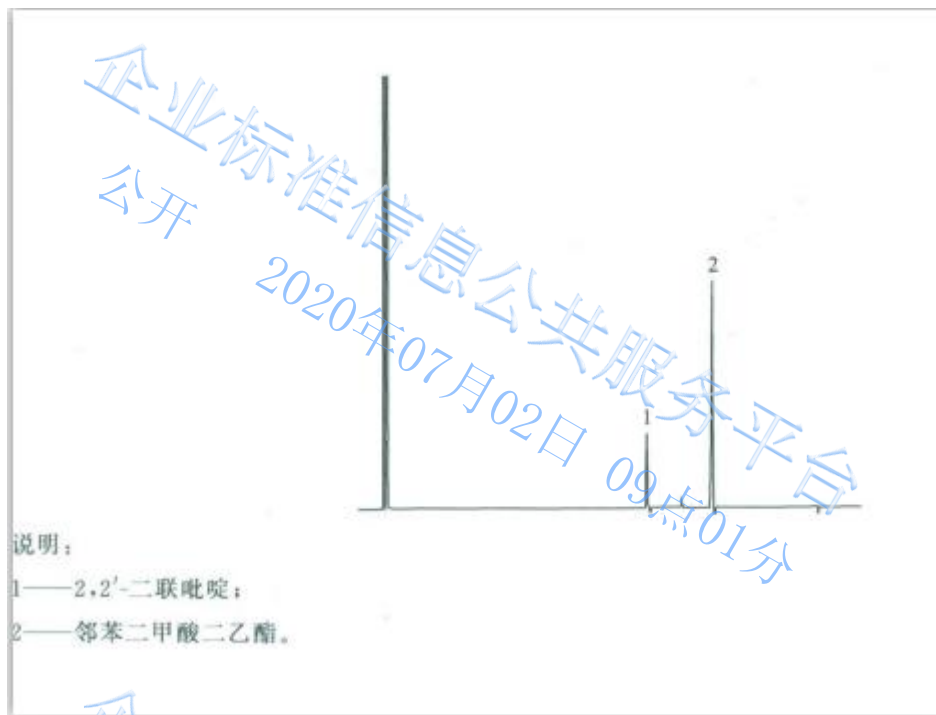


图 C.1 20%敌草快二氯盐可溶液剂中 2, 2'-二联吡啶气相色谱图



附录 D
(资料性附录)
色谱图

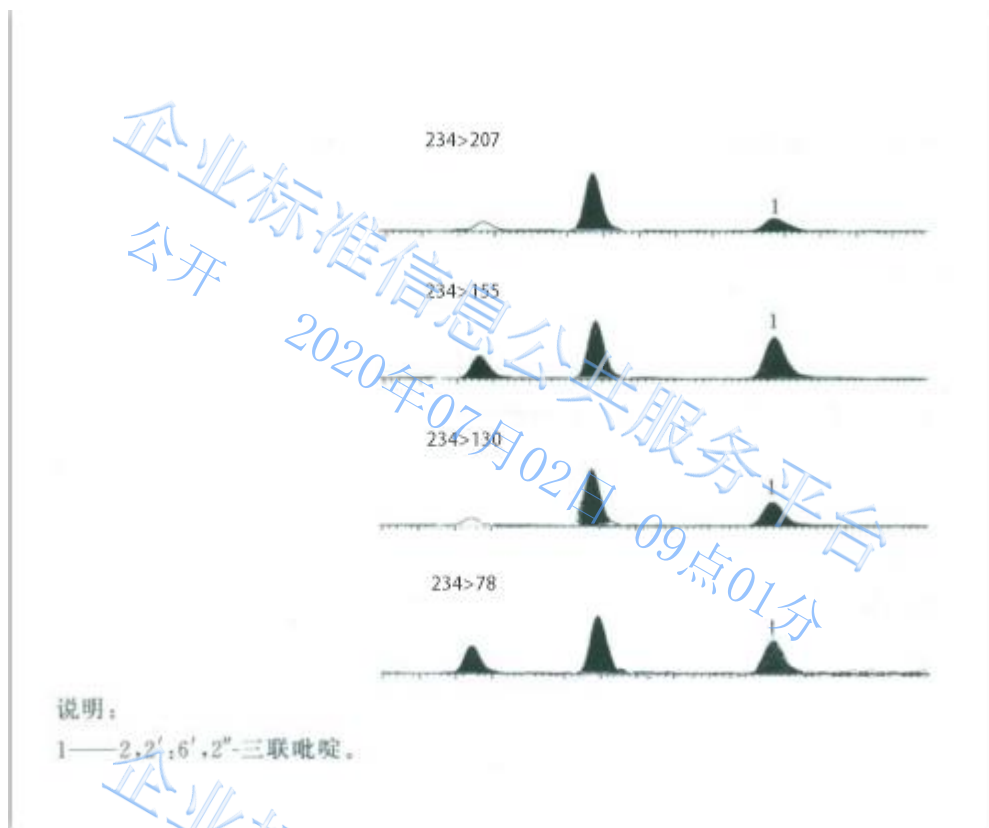
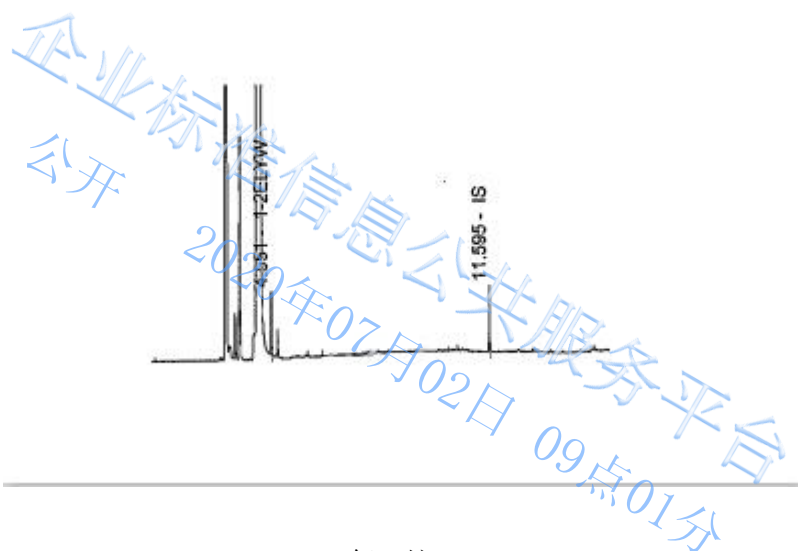


图 D 20%敌草快二氯盐可溶液剂中总三联吡啶离子流图



附录 E
(资料性附录)
色谱图



二氯乙烷-4.5

正十二烷-11.6

图 E 20%敌草快二氯盐可溶液剂中二氯乙烷气相色谱图

企业标准信息公共服务平台
公开
2020年07月02日 09点01分