ICS 65.100.10
CCS G 25

中华人民共和国国家标准

GB/T 22620—2023
代替 GB/T 22620—2008

联苯菊酯乳油

Bifenthrin emulsifiable concentrate

2023-11-27 发布　　2024-06-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会　发布

标准网 - www.biaozhun.org -免费注册 即可下载

前　言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则　第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 GB/T 22620—2008《联苯菊酯乳油》，与 GB/T 22620—2008 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

——更改了范围（见第1章，2008年版的第1章）；

——删除了组成、10%规格（见2008年版的3.1、表1）；

——更改了25 g/L规格的质量分数和质量浓度以及100 g/L规格的质量分数、水分、乳液稳定性、低温稳定性（见表1，2008年版的表1）；

——增加了持久起泡性控制项目和测定方法（见表1、5.9）；

——增加了热储后pH值控制项目（见表1）；

——删除了低温稳定性和热储稳定性的试验日期间隔要求（见2008年版的表1）；

——增加了液相色谱法鉴别试验（见5.3.1）；

——增加了联苯菊酯质量分数测定的液相色谱法（见5.5.1）；

——更改了联苯菊酯质量分数测定的气相色谱法（见5.5.2，2008年版的4.3）；

——更改了水分的测定方法、低温稳定性试验和热储稳定性试验（见5.6、5.10、5.11，2008年版的4.4、4.7、4.8）；

——增加了检验规则（见第6章）；

——增加了500 g(mL)净含量规格（见8.1）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国农药标准化技术委员会（SAC/TC 133）归口。

本文件起草单位：南京红太阳股份有限公司、广西农喜作物科学有限公司、江苏东宝农化股份有限公司、江苏春江润田农化有限公司、浙江世佳科技股份有限公司、山东垄喜植物保护有限公司、农业农村部农药检定所。

本文件主要起草人：吴进龙、姜宜飞、邢平、王文卓、卢瑞、刘宏斌、钱晖、徐丽娟、王世辉。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——2008年首次发布为GB/T 22620—2008；

——本次为第一次修订。

标准网 - www.biaozhun.org -免费注册 即可下载

标准网 - www.biaozhun.org -免费注册 即可下载

联 苯 菊 酯 乳 油

1 范围

本文件规定了联苯菊酯乳油的技术要求、检验规则、验收和质量保证期，以及标志、标签、包装和储运，描述了联苯菊酯乳油的试验方法。

本文件适用于联苯菊酯乳油产品的质量控制。

注：联苯菊酯的其他名称、结构式和基本物化参数见附录 A。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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—2021 农药水分测定方法

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 4838 农药乳油包装

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 19136—2021 农药热储稳定性测定方法

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

GB/T 32776—2016 农药密度测定方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 技术要求

4.1 外观

稳定的均相液体，无可见的悬浮物和沉淀物。

4.2 技术指标

联苯菊酯乳油应符合表 1 的要求。

标准网 - www.biaozhun.org -免费注册 即可下载

表 1 联苯菊酯乳油技术指标

项 目	指 标	
	25 g/L 规格	100 g/L 规格
联苯菊酯质量分数/%	$2.8^{+0.28}_{-0.28}$	$11.0^{+0.6}_{-0.6}$
联苯菊酯质量浓度[a](20 ℃)/(g/L)	25^{+3}_{-3}	100^{+10}_{-10}
水分/%	≤3.0	
pH 值	4.0～7.0	
乳液稳定性(稀释 200 倍)	量筒中无浮油(膏)、沉油和沉淀析出	
持久起泡性(1 min 后泡沫量)/mL	≤40	
低温稳定性	冷储后,离心管底部离析物的体积不大于 0.3 mL	
热储稳定性	热储后,联苯菊酯质量分数不低于储前测得质量分数的 97%,pH 值、乳液稳定性仍应符合本文件要求	
[a] 当以质量分数和以质量浓度表示的结果不能同时满足本文件要求时,按质量分数的结果判定产品是否合格。		

5 试验方法

警告:使用本文件的人员应有实验室工作的实践经验。本文件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。

5.1 一般规定

本文件所用试剂和水在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和蒸馏水。

5.2 取样

按 GB/T 1605—2001 中 5.3.2 进行,用随机数表法确定取样的包装件,最终取样量应不少于 200 mL。

5.3 鉴别试验

5.3.1 液相色谱法

本鉴别试验可与联苯菊酯质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中某色谱峰的保留时间与标样溶液中联苯菊酯色谱峰的保留时间,其相对差应在 1.5%以内。

5.3.2 气相色谱法

本鉴别试验可与联苯菊酯质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中某色谱峰的保留时间与标样溶液中联苯菊酯色谱峰的保留时间,其相对差应在 1.5%以内。

5.4 外观

采用目测法测定。

5.5 联苯菊酯质量分数、质量浓度

5.5.1 液相色谱法(仲裁法)

5.5.1.1 方法提要

试样用甲醇溶解,以乙腈+磷酸溶液为流动相,使用以 C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器,在波长 254 nm 下对试样中的联苯菊酯进行反相高效液相色谱分离,外标法定量。

5.5.1.2 试剂和溶液

5.5.1.2.1 甲醇:色谱级。

5.5.1.2.2 乙腈:色谱级。

5.5.1.2.3 水:新蒸二次蒸馏水或超纯水。

5.5.1.2.4 磷酸。

5.5.1.2.5 磷酸溶液:$\psi_{磷酸:水}=1:1\ 000$。

5.5.1.2.6 联苯菊酯标样:已知质量分数,$w\geqslant 98.0\%$。

5.5.1.3 仪器

5.5.1.3.1 高效液相色谱仪:具有可变波长紫外检测器。

5.5.1.3.2 色谱柱:250 mm×4.6 mm(内径)不锈钢柱,内装 C_{18}、5 μm 填充物(或具有同等效果的色谱柱)。

5.5.1.3.3 过滤器:滤膜孔径约 0.45 μm。

5.5.1.3.4 超声波清洗器。

5.5.1.4 高效液相色谱操作条件

5.5.1.4.1 流动相:$\psi_{乙腈:磷酸溶液}=85:15$。

5.5.1.4.2 流速:1.0 mL/min。

5.5.1.4.3 柱温:室温(温度变化应不大于 2 ℃)。

5.5.1.4.4 检测波长:254 nm。

5.5.1.4.5 进样体积:5 μL。

5.5.1.4.6 保留时间:联苯菊酯约 17.8 min。

5.5.1.4.7 5.5.1.4.1~5.5.1.4.6 的液相色谱操作条件,系典型操作参数。可根据不同仪器特点,对给定的操作参数做适当调整,以期获得最佳效果。典型的联苯菊酯乳油的高效液相色谱图见图 1。

标引序号说明：

1——联苯菊酯。

图 1　联苯菊酯乳油的高效液相色谱图

5.5.1.5　测定步骤

5.5.1.5.1　标样溶液的制备

称取 0.05 g(精确至 0.000 1 g)联苯菊酯标样，置于 100 mL 容量瓶中，加入 80 mL 甲醇，超声波振荡 5 min，冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀。

5.5.1.5.2　试样溶液的制备

称取含 0.05 g(精确至 0.000 1 g)联苯菊酯的试样，置于 100 mL 容量瓶中，加入 80 mL 甲醇，超声波振荡 5 min，冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，摇匀，过滤。

5.5.1.5.3　测定

在 5.5.1.4.1～5.5.1.4.6 的色谱操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针联苯菊酯峰面积相对变化小于 1.2%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。

5.5.1.6　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联苯菊酯峰面积分别进行平均，试样中联苯菊酯的质量分数按公式(1)计算，质量浓度按公式(2)计算：

$$w_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times w}{A_1 \times m_2} \qquad \cdots\cdots(1)$$

$$\rho_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times w \times \rho \times 10}{A_1 \times m_2} \qquad \cdots\cdots(2)$$

式中：

w_1——试样中联苯菊酯的质量分数，%；

A_2——试样溶液中联苯菊酯峰面积的平均值；

m_1——标样的质量的数值，单位为克(g)；

w ——标样中联苯菊酯的质量分数，%；

A_1——标样溶液中联苯菊酯峰面积的平均值；

m_2——试样的质量的数值，单位为克(g)；

ρ_1 ——20 ℃时试样中联苯菊酯质量浓度的数值，单位为克每升(g/L)；

ρ ——20 ℃时试样密度的数值(按 GB/T 32776—2016 中 3.1 或 3.2 进行测定)，单位为克每毫升(g/mL)。

5.5.1.7 允许差

联苯菊酯质量分数两次平行测定结果之差应不大于0.2%，取其算术平均值作为测定结果。

5.5.2 气相色谱法

5.5.2.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解，以邻苯二甲酸二正戊酯为内标物，使用以(5%-苯基)-甲基聚硅氧烷涂壁的石英毛细管柱和氢火焰离子化检测器，对试样中的联苯菊酯进行气相色谱分离，内标法定量。

5.5.2.2 试剂和溶液

5.5.2.2.1 三氯甲烷。

5.5.2.2.2 内标物：邻苯二甲酸二正戊酯，应不含有干扰分析的杂质。

5.5.2.2.3 内标溶液：称取2 g邻苯二甲酸二正戊酯，置于500 mL容量瓶中，用三氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀。

5.5.2.2.4 联苯菊酯标样：已知质量分数，$w \geqslant 98.0\%$。

5.5.2.3 仪器

5.5.2.3.1 气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器。

5.5.2.3.2 色谱柱：30 m×0.32 mm(内径)毛细管柱，内壁涂(5%-苯基)-甲基聚硅氧烷固定液，膜厚0.25 μm(或具有同等效果的色谱柱)。

5.5.2.3.3 过滤器：滤膜孔径约0.45 μm。

5.5.2.3.4 超声波清洗器。

5.5.2.4 气相色谱操作条件

5.5.2.4.1 温度：柱室230 ℃，气化室260 ℃，检测器室280 ℃。

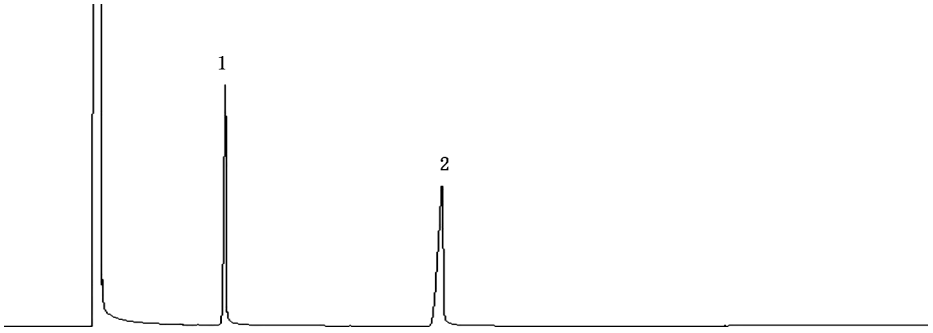
5.5.2.4.2 气体流量：载气(N_2)1.0 mL/min，氢气30 mL/min，空气300 mL/min。

5.5.2.4.3 分流比：20∶1。

5.5.2.4.4 进样体积：1.0 μL。

5.5.2.4.5 保留时间：邻苯二甲酸二正戊酯约4.7 min，联苯菊酯约9.2 min。

5.5.2.4.6 5.5.2.4.1～5.5.2.4.5的气相色谱操作条件，为典型操作参数。可根据不同仪器特点，对给定的操作参数做适当调整，以期获得最佳效果。典型的联苯菊酯乳油与内标物的气相色谱图见图2。



标引序号说明：

1——邻苯二甲酸二正戊酯；

2——联苯菊酯。

图 2　联苯菊酯乳油与内标物的气相色谱图

5.5.2.5　测定步骤

5.5.2.5.1　标样溶液的制备

称取 0.05 g(精确至 0.000 1 g)联苯菊酯标样，置于 25 mL 具塞玻璃瓶中，用移液管移入 10 mL 内标溶液，摇匀。

5.5.2.5.2　试样溶液的制备

称取含 0.05 g(精确至 0.000 1 g)联苯菊酯的试样，置于 25 mL 具塞玻璃瓶中，用与 5.5.2.5.1 同一支移液管移入 10 mL 内标溶液，摇匀，过滤。

5.5.2.5.3　测定

在 5.5.2.4.1～5.5.2.4.5 的操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针联苯菊酯与内标物峰面积比的相对变化小于 1.2%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。

5.5.2.6　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联苯菊酯与内标物的峰面积比分别进行平均。试样中联苯菊酯的质量分数按公式(3)计算，质量浓度按公式(4)计算：

$$w_1 = \frac{r_2 \times m_3 \times w}{r_1 \times m_4} \qquad \cdots\cdots(3)$$

$$\rho_1 = \frac{r_2 \times m_3 \times w \times \rho \times 10}{r_1 \times m_4} \qquad \cdots\cdots(4)$$

式中：

w_1——试样中联苯菊酯的质量分数，%；

r_2——试样溶液中联苯菊酯与内标物峰面积比的平均值；

m_3——标样的质量的数值，单位为克(g)；

w——标样中联苯菊酯的质量分数，%；

r_1——标样溶液中联苯菊酯与内标物峰面积比的平均值；

m_4——试样的质量的数值，单位为克(g)；

ρ_1 ——20 ℃时试样中联苯菊酯质量浓度的数值，单位为克每升(g/L)；

ρ ——20 ℃时试样密度的数值(按 GB/T 32776—2016 中 3.1 或 3.2 进行测定)，单位为克每毫升(g/mL)。

5.5.2.7 允许差

联苯菊酯质量分数两次平行测定结果之差应不大于 0.2%，取其算术平均值作为测定结果。

5.6 水分

按 GB/T 1600—2021 中 4.2 进行。

5.7 pH 值

按 GB/T 1601 进行。

5.8 乳液稳定性

试样用标准硬水稀释 200 倍，按 GB/T 1603 进行。

5.9 持久起泡性

按 GB/T 28137 进行。

5.10 低温稳定性

按 GB/T 19137—2003 中 2.1 进行。

5.11 热储稳定性

按 GB/T 19136—2021 中 4.4.1 进行。热储时，样品应密封储存，热储前后质量变化率应不大于 1.0%。

6 检验规则

6.1 出厂检验

每批产品均应进行出厂检验，经检验合格签发合格证后，方可出厂。出厂检验项目为第 4 章技术要求中外观、联苯菊酯质量分数、联苯菊酯质量浓度、水分、pH 值、乳液稳定性、持久起泡性。

6.2 型式检验

型式检验项目为第 4 章中的全部项目，在正常连续生产情况下，每 3 个月至少进行一次。有下述情况之一，应进行型式检验：

a) 原料有较大改变，可能影响产品质量时；

b) 生产地址、生产设备或生产工艺有较大改变，可能影响产品质量时；

c) 停产后又恢复生产时；

d) 国家法定质量监管机构提出型式检验要求时。

6.3 判定规则

按 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 判定检验结果是否符合本文件要求。

出厂检验和型式检验中任一项目不符合第 4 章的技术要求，则判为该批次产品不合格。

7 验收和质量保证期

7.1 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

7.2 质量保证期

在 8.2 的储运条件下，联苯菊酯乳油的质量保证期从生产日期算起为 2 年。质量保证期内，各项指标均应符合本文件要求。

8 标志、标签、包装和储运

8.1 标志、标签、包装

联苯菊酯乳油的标志、标签和包装应符合 GB 4838 的规定；联苯菊酯乳油采用清洁、干燥的玻璃瓶或塑料聚酯瓶包装，每瓶净含量 100 g(mL)、200 g(mL)或 500 g(mL)，外包装有钙塑箱或瓦楞纸箱，每箱净含量应不超过 10 kg。也可根据用户要求或订货协议，采用其他形式的包装，但应符合 GB 4838 的规定。

8.2 储运

联苯菊酯乳油包装件应储存在通风、干燥的库房中；储运时，严防潮湿和日晒，避免渗入地面；不应与食物、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）
联苯菊酯的其他名称、结构式和基本物化参数

联苯菊酯的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

——ISO 通用名称：Bifenthrin；

——CAS 号：82657-04-3；

——CIPAC 数字代码：415；

——化学名称：2-甲基联苯基-3-基甲基（*Z*）-（1*RS*）-顺-3-（2-氯-3，3，3-三氟丙-1-烯基）-2，2-二甲基环丙烷羧酸酯；

——结构式：联苯菊酯由一对对映异构体组成，为（*Z*）-（1*R*）-顺式-联苯菊酯和（*Z*）-（1*S*）-顺式-联苯菊酯外消旋的混合体，结构式分别见图 A.1 和图 A.2；

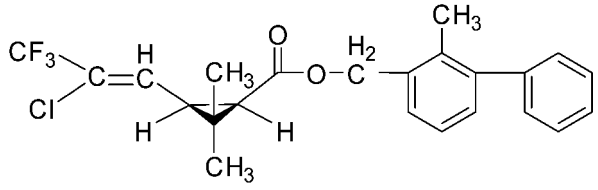


图 A.1 （*Z*）-（1*R*）-顺式-联苯菊酯

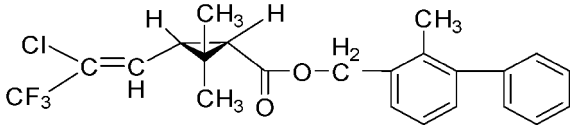


图 A.2 （*Z*）-（1*S*）-顺式-联苯菊酯

——分子式：$C_{23}H_{22}ClF_3O_2$；

——相对分子质量：422.9；

——生物活性：杀虫；

——熔点：68 ℃～70.6 ℃；

——蒸气压（25 ℃）：24 μPa；

——溶解度（20 ℃）：水 1.0×10^{-4} g/L、丙酮 1 250 g/L、正庚烷 89 g/L，溶于三氯甲烷、二氯甲烷、乙醚、甲苯，微溶于甲醇；

——稳定性：在 25 ℃条件下可稳定 1 年以上，在 pH 5～9、21 ℃条件下，可稳定 21 d，在自然光照射下，DT_{50} 255 d；土壤中 DT_{50} 65 d～125 d。