



中华人民共和国国家标准

GB/T 22616—2021

代替 GB/T 22616—2008, GB/T 22617—2008, GB/T 22618—2008

精 噁 唑 禾 草 灵

Fenoxaprop-P-ethyl

2021-08-20 发布

2022-03-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

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 22616—2008《精噁唑禾草灵原药》、GB/T 22617—2008《精噁唑禾草灵水乳剂》和 GB/T 22618—2008《精噁唑禾草灵乳油》，与 GB/T 22616—2008、GB/T 22617—2008、GB/T 22618—2008 相比，主要技术变化如下：

- 修改了精噁唑禾草灵原药质量分数指标；精噁唑禾草灵水乳剂和乳油中增加了 10% 规格（见 4.2；GB/T 22616—2008 版的 3.2、GB/T 22617—2008 版的 3.2、GB/T 22618—2008 版的 3.2）。
- 精噁唑禾草灵水乳剂和乳油中增加了 *R*-对映体比例控制项目；安全剂由解草唑修订为吡唑解草酯；精噁唑禾草灵乳油增加了持久起泡性控制项目；热储稳定性试验中增加了 *R*-对映体比例和 pH 值测定项目（见 4.2、GB/T 22617—2008 版的 3.2、4.9，GB/T 22618—2008 版的 3.2、4.8）。
- 修改了精噁唑禾草灵的测定方法（见 5.4、5.5、5.6；GB/T 22616—2008 版的 4.3.2、4.3.1、附录 A，GB/T 22617—2008 版的 4.3.2、4.3.1、附录 A，GB/T 22618—2008 版的 4.3.2、4.3.1、附录 A）。
- 将精噁唑禾草灵原药验收期 1 个月修改为质量保证期 2 年（见 6.2，GB/T 22616—2008 版的 5.6）。

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：顺毅南通化工有限公司、安徽丰乐农化有限责任公司、京博农化科技有限公司、顺毅股份有限公司、江苏东宝农化股份有限公司、宜兴兴农化工制品有限公司、农业农村部农药检定所。

本文件主要起草人：吴进龙、王琴、武鹏、何智宇、方斌、胡波、胡华海、曹同波、王天胜、黄有中、王建新、黄亮、赵鹏跃。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- GB/T 22616—2008；
- GB/T 22617—2008；
- GB/T 22618—2008。

精 噁 唑 禾 草 灵

1 范围

本文件规定了精噁唑禾草灵原药、水乳剂、乳油的要求、试验方法、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运。

本文件适用于精噁唑禾草灵原药、水乳剂、乳油产品的质量控制。

注：精噁唑禾草灵、吡唑解草酯的其他名称、结构式和基本物化参数参见附录 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—2001 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 3796 农药包装通则
- GB 4838 农药乳油包装
- 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 19138 农药丙酮不溶物测定方法
- GB/T 28137 农药持久起泡性测定方法
- GB/T 31737 农药倾倒性测定方法
- GB/T 32776 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 要求

4.1 外观

精噁唑禾草灵原药为类白色至淡黄色疏松粉末，无可见外来杂质。

精噁唑禾草灵水乳剂为稳定的乳状液，久置后允许有少量分层，轻微摇动或搅动应恢复原状，不应有团块。

精噁唑禾草灵乳油为稳定的均相液体,无可见悬浮物和沉淀物。

4.2 技术指标

精噁唑禾草灵原药的技术指标应符合表 1 的要求,水乳剂的技术指标应符合表 2 的要求,乳油的技术指标应符合表 3 的要求。

表 1 精噁唑禾草灵原药技术指标

项目	指标
精噁唑禾草灵质量分数/%	≥ 95.0
水分/%	≤ 0.3
pH 范围	4.5~7.5
丙酮不溶物 ^a /%	≤ 0.3
^a 正常生产时,丙酮不溶物每 3 个月至少测定一次。	

表 2 精噁唑禾草灵水乳剂技术指标

项目			指标			
			6.9%规格	7.5%规格	69 g/L 规格	10%规格
精噁唑禾草灵质量分数 ^a / % 或质量浓度(20 ℃)/(g/L)			6.9 ^{+0.7} _{-0.7}	7.5 ^{+0.7} _{-0.7}	6.8 ^{+0.7} _{-0.7}	10 ^{+1.0} _{-1.0}
			—	—	69 ⁺⁷ ₋₇	—
R-对映体比例/ %			≥ 98.0			
吡唑解草酯质量分数 ^b / %			2.3 ^{+0.3} _{-0.3}	2.5 ^{+0.3} _{-0.3}	2.2 ^{+0.3} _{-0.3}	3.3 ^{+0.3} _{-0.3}
pH 范围			5.0～9.0			
乳液稳定性(稀释 200 倍)			量筒中无浮油(膏)、沉油和沉淀析出			
倾倒性	倾倒后残余物/ %	≤	5.0			
	洗涤后残余物/ %	≤	0.5			
持久起泡性(1 min 后泡沫量)/mL			≤ 25			
低温稳定性 ^c			离心管底部离析物的体积不超过 0.3 mL			
热储稳定性 ^c			热储后,精噁唑禾草灵和吡唑解草酯质量分数不低于储前的 95 %,R-对映体比例、pH 值、乳液稳定性符合技术指标要求			

^a 当质量发生争议时,以精噁唑禾草灵质量分数测定结果为仲裁依据。

^b 是否添加安全剂(如:吡唑解草酯)由作物对象决定;允许使用其他安全剂。

^c 正常生产时,低温稳定性试验、热储稳定性试验,每 3 个月至少测定一次。

表 3 精噁唑禾草灵乳油技术指标

项目	指标			
	6.9%规格	80.5 g/L 规格	100 g/L 规格	10%规格
精噁唑禾草灵质量分数 ^a / % 或质量浓度(20 ℃)/(g/L)	6.9 ^{+0.7} _{-0.7}	8.4 ^{+0.8} _{-0.8}	10.4 ^{+1.0} _{-1.0}	10 ^{+1.0} _{-1.0}
	—	80.5 ^{+8.0} _{-8.0}	100 ^{+10.0} _{-10.0}	—
R-对映体比例 / %	≥	98.0		
吡唑解草酯质量分数 ^b / %	2.3 ^{+0.3} _{-0.3}	2.8 ^{+0.2} _{-0.2}	3.4 ^{+0.3} _{-0.3}	3.3 ^{+0.3} _{-0.3}
水分 / %	≤	1.0		
pH 范围	5.0~9.0			
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	≤	60		
低温稳定性 ^c	离心管底部离析物的体积不超过 0.3 mL			
热储稳定性 ^c	热储后,精噁唑禾草灵和吡唑解草酯质量分数不低于储前的 95%,R-对映体比例、pH 值、乳液稳定性符合技术指标要求			
^a 当质量发生争议时,以精噁唑禾草灵质量分数测定结果为仲裁依据。 ^b 是否添加安全剂(如:吡唑解草酯)由作物对象决定;允许使用其他安全剂。 ^c 正常生产时,低温稳定性试验、热储稳定性试验,每 3 个月至少测定一次。				

5 试验方法

警示——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,并保证符合国家有关法规的规定。

5.1 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 4.3.3 执行。

5.2 抽样

精噁唑禾草灵原药按 GB/T 1605—2001 中 5.3.1 执行,精噁唑禾草灵水乳剂、乳油按GB/T 1605—2001 中 5.3.2 执行。用随机数表法确定抽样的包装件。最终抽样量精噁唑禾草灵原药应不少于 100 g、精噁唑禾草灵水乳剂应不少于 1 000 mL、精噁唑禾草灵乳油应不少于 200 mL。

5.3 鉴别试验

精噁唑禾草灵原药鉴别的红外光谱法——试样与精噁唑禾草灵标样在 4 000 cm⁻¹~650 cm⁻¹范围内的红外吸收光谱应无明显差异。精噁唑禾草灵标样红外光谱图见图 1。

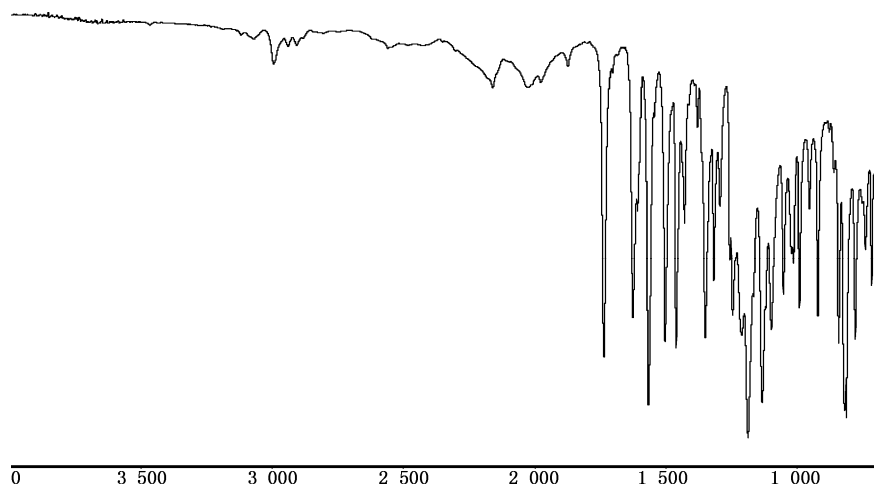


图 1 精噁唑禾草灵标样红外光谱图

手性正相高效液相色谱法——本鉴别试验可与精噁唑禾草灵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精噁唑禾草灵标样溶液中精噁唑禾草灵的色谱峰的保留时间的相对差值应在 1.5% 以内。

5.4 精噁唑禾草灵、吡唑解草酯质量分数及 *R*-对映体比例的测定

5.4.1 手性正相高效液相色谱法(仲裁法)

5.4.1.1 方法概要

测定方法采用手性正相高效液相色谱法,试样用流动相溶解,以正己烷+乙醇为流动相,使用以 Chiralcel OK 为填料的不锈钢柱和紫外检测器,在波长 280 nm 下对试样中精噁唑禾草灵、吡唑解草酯进行正相高效液相色谱分离,外标法定量,同时测定 *R*-对映体比例。

5.4.1.2 试剂和溶液

5.4.1.2.1 正己烷:色谱纯。

5.4.1.2.2 乙醇:色谱纯。

5.4.1.2.3 精噁唑禾草灵标样:已知精噁唑禾草灵质量分数, $w \geq 98.0\%$ 。

5.4.1.2.4 吡唑解草酯标样:已知吡唑解草酯质量分数, $w \geq 98.0\%$ 。

5.4.1.3 仪器

5.4.1.3.1 高效液相色谱仪:具有可变波长紫外检测器。

5.4.1.3.2 色谱数据处理机或色谱工作站。

5.4.1.3.3 色谱柱:250 mm×4.6 mm(i.d.)不锈钢柱,内装 Chiralcel OK、10 μm 填充物(或具有同等效果的色谱柱)。

5.4.1.3.4 过滤器:滤膜孔径约 0.45 μm。

5.4.1.3.5 微量进样器:50 μL。

5.4.1.3.6 定量进样管:10 μL。

5.4.1.3.7 超声波清洗器。

5.4.1.4 高效液相色谱操作条件

- 5.4.1.4.1 流动相: ϕ (正己烷:乙醇)=70:30,经滤膜过滤,并进行脱气。
- 5.4.1.4.2 流速:1.1 mL/min。
- 5.4.1.4.3 柱温:室温(温度变化应不大于 2 ℃)。
- 5.4.1.4.4 检测波长:280 nm。
- 5.4.1.4.5 进样体积:10 μ L。
- 5.4.1.4.6 保留时间:吡唑解草酯约 10.5 min,精噁唑禾草灵(噁唑禾草灵 *R*-对映体)约 14.5 min,噁唑禾草灵 *S*-对映体约 23.7 min。
- 5.4.1.4.7 上述操作参数是典型的,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。典型的精噁唑禾草灵原药、水乳剂和乳油手性正相高效液相色谱图分别见图 2、图 3 和图 4。

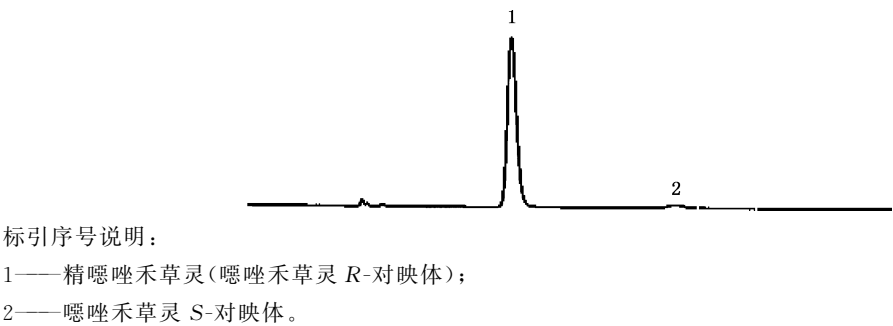


图 2 精噁唑禾草灵原药的手性正相高效液相色谱图

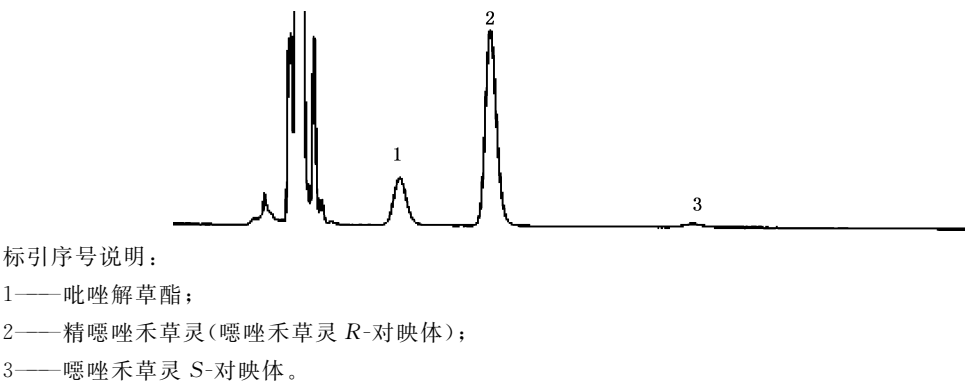
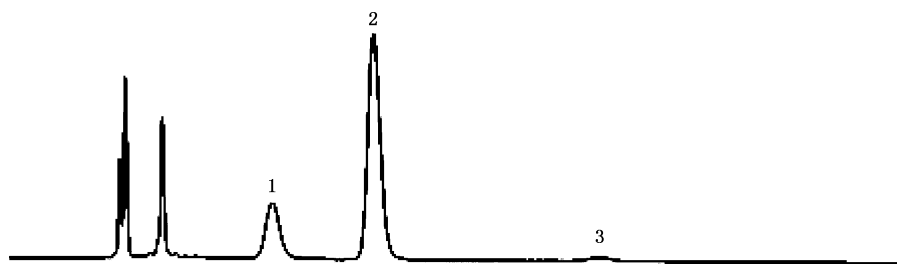


图 3 精噁唑禾草灵水乳剂的手性正相高效液相色谱图



标引序号说明：

1——吡唑解草酯；

2——精噁唑禾草灵(噁唑禾草灵 *R*-对映体)；

3——噁唑禾草灵 *S*-对映体。

图4 精噁唑禾草灵乳油的手性正相高效液相色谱图

5.4.1.5 测定步骤

5.4.1.5.1 标样溶液的制备

称取 0.05 g(精确至 0.000 01 g)精噁唑禾草灵标样、0.016 g(精确至 0.000 01 g)吡唑解草酯标样(产品中添加了安全剂时适用)于 100 mL 容量瓶中,用流动相定容至刻度,超声波振荡 5 min 使标样溶解,冷却至室温,摇匀。

5.4.1.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.05 g(精确至 0.000 01 g)精噁唑禾草灵的试样于 100 mL 容量瓶中,用流动相定容至刻度,超声波振荡 5 min 使试样溶解,冷却至室温,摇匀,过滤。

5.4.1.5.3 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,直至相邻两针精噁唑禾草灵(吡唑解草酯)的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。

5.4.1.6 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精噁唑禾草灵(吡唑解草酯)峰面积分别进行平均。试样中精噁唑禾草灵(吡唑解草酯)质量分数按式(1)计算,质量浓度按式(2)计算,*R*-对映体比例按式(3)计算:

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

$$\rho = \frac{A_2 \times m_1 \times w}{A_1 \times m_2} \times d \times 10 \dots\dots\dots (2)$$

$$K = \frac{A_R}{A_R + A_S} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

w_1 —— 试样中精噁唑禾草灵(吡唑解草酯)的质量分数, %;

A_2 —— 试样溶液中精噁唑禾草灵(吡唑解草酯)峰面积的平均值;

m_1 —— 标样的质量,单位为克(g);

w —— 标样中精噁唑禾草灵(吡唑解草酯)的质量分数, %;

- A_1 —— 标样溶液中精噁唑禾草灵(吡唑解草酯)峰面积的平均值；
 m_2 —— 试样的质量,单位为克(g)；
 ρ —— 试样中精噁唑禾草灵的质量浓度,单位为克每升(g/L)；
 d —— 20℃时试样的密度,单位为克每毫升(g/mL)(按 GB/T 32776 进行测定)；
 K —— R -对映体比例, %；
 A_R —— 两针试样溶液中噁唑禾草灵 R -对映体峰面积的平均值；
 A_S —— 两针试样溶液中噁唑禾草灵 S -对映体峰面积的平均值。

5.4.1.7 允许差

精噁唑禾草灵原药中精噁唑禾草灵质量分数两次平行测定结果之差不大于1.2%，精噁唑禾草灵水乳剂、乳油中精噁唑禾草灵质量分数(质量浓度)两次平行测定结果相对偏差，应不大于5.0%，分别取其算术平均值作为测定结果。

5.4.2 正相高效液相色谱法(非手性柱法)

5.4.2.1 方法提要

试样用流动相溶解，以正己烷+异丙醇为流动相，使用以硅胶为填料的不锈钢柱和紫外检测器，在波长280 nm下对试样中噁唑禾草灵、吡唑解草酯进行正相高效液相色谱分离，外标法测定噁唑禾草灵质量分数，根据 R -对映体比例和噁唑禾草灵的质量分数计算精噁唑禾草灵的质量分数。

5.4.2.2 试剂和溶液

- 5.4.2.2.1 正己烷：色谱纯。
 5.4.2.2.2 异丙醇：色谱纯。
 5.4.2.2.3 精噁唑禾草灵标样：已知噁唑禾草灵质量分数， $w \geq 98.0\%$ 。
 5.4.2.2.4 吡唑解草酯标样：已知吡唑解草酯质量分数， $w \geq 98.0\%$ 。

5.4.2.3 仪器

- 5.4.2.3.1 高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。
 5.4.2.3.2 色谱数据处理机或色谱工作站。
 5.4.2.3.3 色谱柱：250 mm×4.6 mm(i.d.)不锈钢柱，内装硅胶、5 μm 填充物(或具有同等效果的色谱柱)。
 5.4.2.3.4 过滤器：滤膜孔径约0.45 μm 。
 5.4.2.3.5 微量进样器：50 μL 。
 5.4.2.3.6 定量进样管：5 μL 。
 5.4.2.3.7 超声波清洗器。

5.4.2.4 高效液相色谱操作条件

- 5.4.2.4.1 流动相： ϕ (正己烷：异丙醇)=90：10，经滤膜过滤，并进行脱气。
 5.4.2.4.2 流速：0.8 mL/min。
 5.4.2.4.3 柱温：室温(温度变化应不大于2℃)。
 5.4.2.4.4 检测波长：280 nm。
 5.4.2.4.5 进样体积：5 μL 。
 5.4.2.4.6 保留时间：噁唑禾草灵约7.7 min，吡唑解草酯约9.0 min。
 5.4.2.4.7 上述操作参数是典型的，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。典型的精噁唑禾草灵原药、水乳剂和乳油正相高效液相色谱图分别见图 5、图 6、图 7。

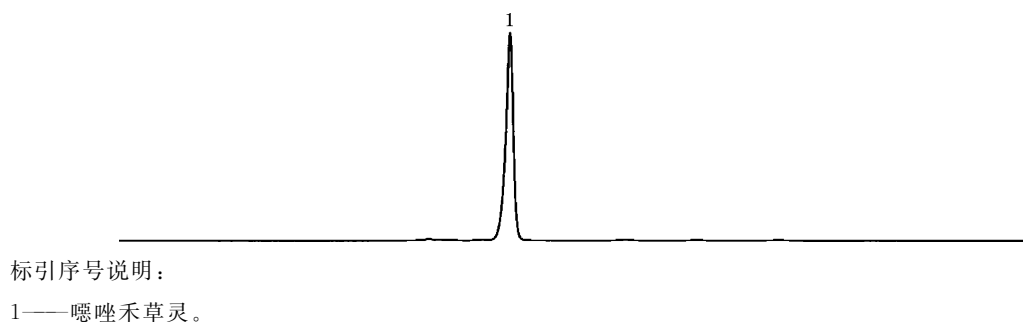


图 5 精噁唑禾草灵原药的正相高效液相色谱图

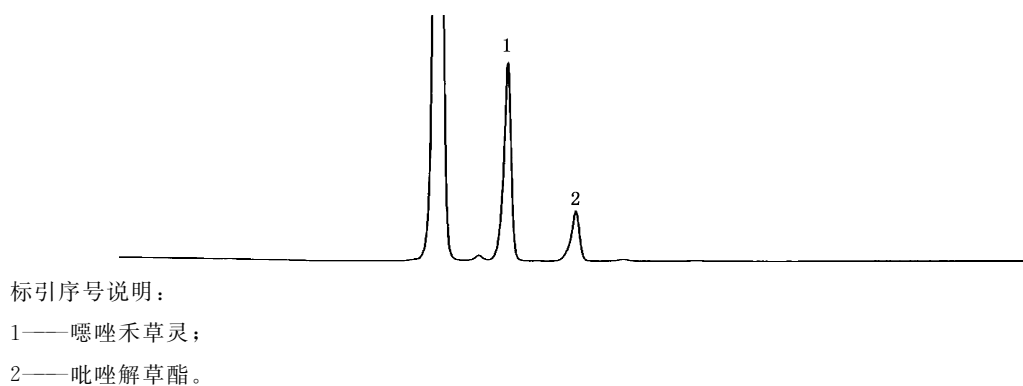


图 6 精噁唑禾草灵水乳剂的正相高效液相色谱图

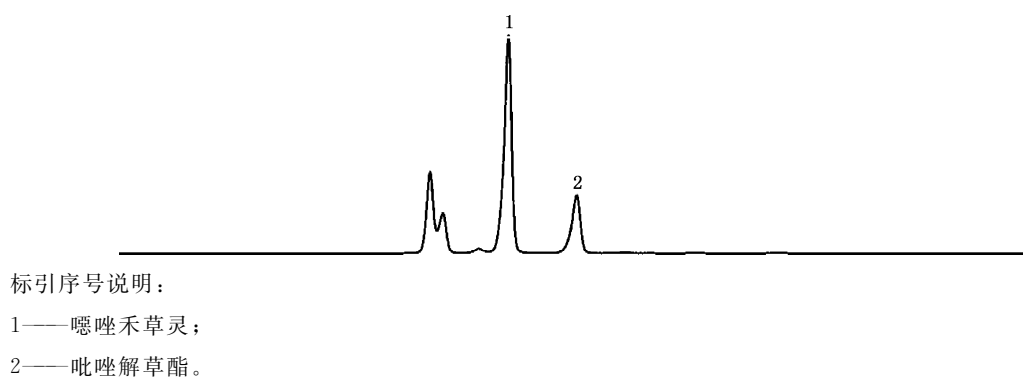


图 7 精噁唑禾草灵乳油的正相高效液相色谱图

5.4.2.5 测定步骤

5.4.2.5.1 标样溶液的制备

称取 0.05 g(精确至 0.000 01 g)精噁唑禾草灵标样、0.016 g(精确至 0.000 01 g)吡唑解草酯标样(产品中添加了安全剂时适用)于 100 mL 容量瓶中,用流动相定容至刻度,超声波振荡 5 min 使标样溶解,冷却至室温,摇匀。

5.4.2.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.05 g(精确至 0.000 01 g)噁唑禾草灵的试样于 100 mL 容量瓶中,用流动相定容至刻度,超声波振荡 5 min 使试样溶解,冷却至室温,摇匀,过滤。

5.4.2.5.3 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,直至相邻两针噁唑禾草灵(吡唑解草酯)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。

5.4.2.6 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噁唑禾草灵(吡唑解草酯)峰面积分别进行平均。试样中噁唑禾草灵(吡唑解草酯)质量分数按式(4)计算,精噁唑禾草灵质量分数和质量浓度分别按式(5)和式(6)计算:

$$w_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times w}{A_1 \times m_2} \dots\dots\dots (4)$$

$$w_2 = w_1 \times K \div 100 \dots\dots\dots (5)$$

$$\rho_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times w}{A_1 \times m_2} \times K \times d \div 10 \dots\dots\dots (6)$$

式中:

- w_1 —— 试样中噁唑禾草灵(吡唑解草酯)的质量分数,%;
- A_2 —— 试样溶液中噁唑禾草灵(吡唑解草酯)峰面积的平均值;
- m_1 —— 标样的质量,单位为克(g);
- w —— 标样中噁唑禾草灵(吡唑解草酯)的质量分数,%;
- A_1 —— 标样溶液中噁唑禾草灵(吡唑解草酯)峰面积的平均值;
- m_2 —— 试样的质量,单位为克(g);
- d —— 20 ℃时试样的密度,单位为克每毫升(g/mL)(按 GB/T 32776 进行测定);
- w_2 —— 试样中精噁唑禾草灵的质量分数,%;
- K —— R-对映体比例,%;
- ρ_1 —— 试样中精噁唑禾草灵的质量浓度,单位为克每升(g/L)。

5.4.2.7 允许差

精噁唑禾草灵原药中精噁唑禾草灵质量分数两次平行测定结果之应不大于 1.2%,精噁唑禾草灵水乳剂、乳油中精噁唑禾草灵质量分数(质量浓度)两次平行测定结果相对偏差,应不大于 5.0%,分别取其算术平均值作为测定结果。

5.4.3 气相色谱法

5.4.3.1 方法提要

试样用丙酮溶解,以癸二酸二辛酯为内标,使用内涂 HP-5 填料的毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的噁唑禾草灵、吡唑解草酯进行气相色谱分离,内标法测定噁唑禾草灵质量分数,根据 R-对映体比例和噁唑禾草灵的质量分数计算精噁唑禾草灵的质量分数。

5.4.3.2 试剂和溶液

5.4.3.2.1 丙酮:色谱纯。

5.4.3.2.2 精噁唑禾草灵标样:已知噁唑禾草灵质量分数, $w \geq 98.0\%$ 。

5.4.3.2.3 吡唑解草酯标样:已知吡唑解草酯质量分数, $w \geq 98.0\%$ 。

5.4.3.2.4 内标物:癸二酸二辛酯,应不含有干扰分析的杂质。

5.4.3.2.5 内标溶液:称取癸二酸二辛酯 7 g(精确至 0.01 g)于 500 mL 容量瓶中,用丙酮溶解并稀释至刻度,摇匀。

5.4.3.3 仪器

5.4.3.3.1 气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器。

5.4.3.3.2 色谱数据处理机或色谱工作站。

5.4.3.3.3 色谱柱:30 m×0.32 mm(i.d.)毛细管柱,HP-5(内涂 5%苯甲基硅酮),膜厚 0.25 μm (或具同等效果的色谱柱)。

5.4.3.4 气相色谱操作条件

5.4.3.4.1 温度($^{\circ}\text{C}$):色谱柱 250,气化室 260,检测器 270。

5.4.3.4.2 气体流量(mL/min):载气(N_2)1.5,氢气 30,空气 300。

5.4.3.4.3 进样量:1.0 μL 。

5.4.3.4.4 分流比:100:1。

5.4.3.4.5 保留时间:吡唑解草酯约 5.6 min,噁唑禾草灵约 8.8 min,癸二酸二辛酯约 11.7 min。

5.4.3.4.6 上述操作参数是典型的,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。典型的精噁唑禾草灵原药、水乳剂和乳油与内标物的气相色谱图分别见图 8、图 9、图 10。

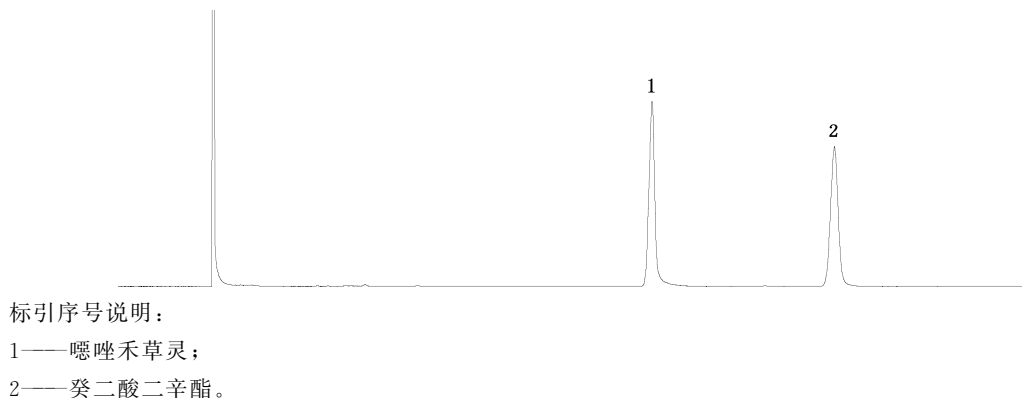


图 8 精噁唑禾草灵原药与内标物的气相色谱图

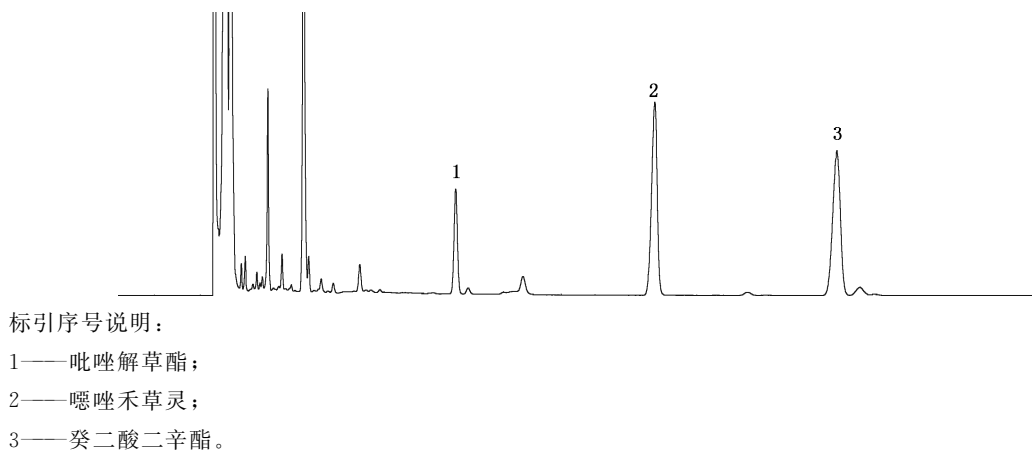


图 9 精噁唑禾草灵水乳剂与内标物的气相色谱图

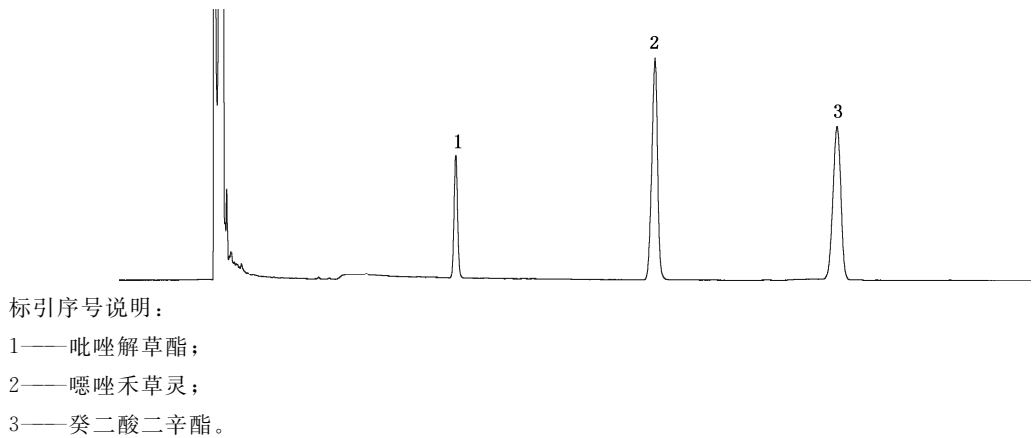


图 10 精噁唑禾草灵乳油与内标物的气相色谱图

5.4.3.5 测定步骤

5.4.3.5.1 标样溶液的制备

称取 0.04 g(精确至 0.000 01 g)精噁唑禾草灵标样、0.014 g(精确至 0.000 01 g)吡唑解草酯标样(产品中添加了安全剂时适用)于 10 mL 容量瓶中,用移液管加入 2 mL 内标溶液,用丙酮定容至刻度,摇匀。

5.4.3.5.2 试样溶液的制备

称取含 0.04 g(精确至 0.000 01 g)噁唑禾草灵的试样于 10 mL 容量瓶中,用 5.4.3.5.1 的同一移液管加入 2 mL 内标溶液,用丙酮定容至刻度,摇匀。

5.4.3.5.3 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,直至相邻两针噁唑禾草灵(吡唑解草酯)与内标物峰面积比的变化小于 1.2%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。

5.4.3.6 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噁唑禾草灵(吡唑解草酯)与内标物的峰面积比分别进行平均。试样中噁唑禾草灵(吡唑解草酯)的质量分数按式(7)计算,精噁唑禾草灵的质量分数和质量浓度分别按式(8)和式(9)计算:

$$w_1 = \frac{r_2 \times m_1 \times w}{r_1 \times m_2} \dots\dots\dots (7)$$

$$w_2 = w_1 \times K \div 100 \dots\dots\dots (8)$$

$$\rho_2 = \frac{r_2 \times m_1 \times w}{r_1 \times m_2} \times K \times d \div 10 \dots\dots\dots (9)$$

式中:

w_1 ——试样中噁唑禾草灵(吡唑解草酯)的质量分数,%;

r_2 ——两针试样溶液中噁唑禾草灵(吡唑解草酯)与内标物峰面积之比的平均值;

m_1 ——标样的质量,单位为克(g);

w ——标样中噁唑禾草灵(吡唑解草酯)的质量分数,%;

r_1 ——两针标样溶液中噁唑禾草灵(吡唑解草酯)与内标物峰面积之比的平均值;

m_2 ——试样的质量,单位为克(g);

d ——20℃时试样的密度,单位为克每毫升(g/mL)(按 GB/T 32776 进行测定);

w_2 ——试样中精噁唑禾草灵的质量分数,%;

K —— R -对映体比例,%;

ρ_2 ——试样中精噁唑禾草灵的质量浓度,单位为克每升(g/L)。

5.4.3.7 允许差

精噁唑禾草灵原药中精噁唑禾草灵质量分数两次平行测定结果之应不大于1.2%,精噁唑禾草灵水乳剂、乳油中精噁唑禾草灵质量分数(质量浓度)两次平行测定结果相对偏差,应不大于5.0%,分别取其算术平均值作为测定结果。

5.5 水分的测定

按 GB/T 1600—2001 中 2.1 进行。

5.6 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

5.7 丙酮不溶物的测定

按 GB/T 19138 进行。

5.8 乳液稳定性试验

试验用标准硬水稀释 200 倍,按 GB/T 1603 进行试验。

5.9 倾倒性的测定

按 GB/T 31737 进行。

5.10 持久起泡性的测定

按 GB/T 28137 进行。

5.11 低温稳定性试验

按 GB/T 19137—2003 中 2.1 进行。

5.12 热储稳定性试验

按 GB/T 19136—2003 中 2.1 进行。

6 验收和质量保证期

6.1 验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

6.2 质量保证期

在规定的储运条件下,精噁唑禾草灵的质量保证期从生产日期算起为 2 年。质量保证期内,各项指标均应符合文件要求。

7 标志、标签、包装、储运

7.1 标志、标签和包装

精噁唑禾草灵原药、水乳剂应符合 GB 3796 的规定,精噁唑禾草灵乳油应符合 GB 4838 的规定。

7.2 储运

精噁唑禾草灵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,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)

精噁唑禾草灵、吡唑解草酯的其他名称、结构式和基本物化参数

A.1 本产品有效成分精噁唑禾草灵的其他名称、结构式和基本物化参数

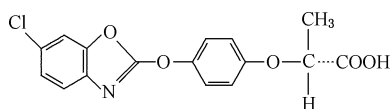
ISO 通用名称:Fenoxaprop-P-ethyl

CIPAC 数字代号:484

CAS 登记号:71283-80-2

化学名称:(R)-2-[4-(6-氯-1,3-苯并噁唑-2-基氧)苯氧基]丙酸乙酯

结构式:

实验式: $C_{18}H_{16}ClNO_5$

相对分子质量:361.8

生物活性:除草

熔点: $89\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 91\text{ }^{\circ}\text{C}$ 蒸气压($20\text{ }^{\circ}\text{C}$): $5.3 \times 10^{-4}\text{ mPa}$

溶解度:水中溶解度(g/L, $20\text{ }^{\circ}\text{C}$) 7×10^{-4} (pH 5.8); 有机溶剂中溶解度(g/L, $20\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 25\text{ }^{\circ}\text{C}$): 丙酮 >200, 甲苯 >200, 乙酸乙酯 >200, 甲醇 43

稳定性: $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下稳定 90 d, 对光不敏感, 水解($25\text{ }^{\circ}\text{C}$) DT_{50} 2.8 d (pH 4)、19.2 d (pH 5)、23.2 d (pH 7)、0.6 d (pH 9)

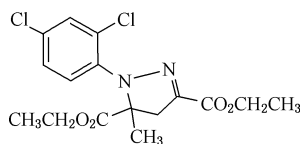
A.2 本产品安全剂吡唑解草酯的其他名称、结构式和基本物化参数

ISO 通用名称:Mefenpyr-diethyl

CAS 登记号:135590-91-9

化学名称:(RS)-1-(2,4-二氯苯基)-5-甲基-2-吡唑啉-3,5-二羧酸二乙酯

结构式:

实验式: $C_{16}H_{18}Cl_2N_2O_4$

相对分子质量:373.2

生物活性:除草剂安全剂

熔点: $50\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 52\text{ }^{\circ}\text{C}$ 蒸气压: $6.3 \times 10^{-3}\text{ mPa}$ ($20\text{ }^{\circ}\text{C}$); $1.4 \times 10^{-2}\text{ mPa}$ ($25\text{ }^{\circ}\text{C}$)

溶解度:水中溶解度(mg/L, $20 \sim 25\text{ }^{\circ}\text{C}$)20.0 (pH 6.2); 有机溶剂中溶解度(g/L, $20 \sim 25\text{ }^{\circ}\text{C}$): 丙酮 >500, 甲苯 >400, 乙酸乙酯 >400, 甲醇 >400

稳定性:遇酸、碱水解