



中华人民共和国国家标准

GB/T 35671—2017

氯氟吡氧乙酸异辛酯乳油

Fluroxypyr-mephthyl emulsifiable concentrates

2017-12-29 发布

2018-07-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会(SAC/TC 133)归口。

本标准负责起草单位:沈阳化工研究院有限公司。

本标准参加起草单位:利尔化学股份有限公司、江苏中旗作物保护股份有限公司、合肥星宇化学有限责任公司、山东绿霸化工股份有限公司、江苏省农用激素工程技术研究中心有限公司、南京华洲药业有限公司、重庆双丰化工有限公司、江苏东宝农药化工有限公司。

本标准主要起草人:高晓晖、王海霞、刘惠华、王寒、王传品、司金城、周雪芳、刘奎涛、温兴连、徐开云。

氯氟吡氧乙酸异辛酯乳油

1 范围

本标准规定了氯氟吡氧乙酸异辛酯乳油的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运、安全、保证期。

本标准适用于由氯氟吡氧乙酸异辛酯原药与乳化剂溶解在适宜的溶剂中配制而成的氯氟吡氧乙酸异辛酯乳油。

注：氯氟吡氧乙酸异辛酯的其他名称、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 1600 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/T 4472 化工产品密度、相对密度的测定

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 (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 农药热贮稳定性测定方法

GB/T 19137 农药低温稳定性测定方法

3 要求

3.1 外观

本品应由符合标准的氯氟吡氧乙酸异辛酯原药制成，为稳定的均相液体，无可见的悬浮物和沉淀物。

3.2 技术指标

氯氟吡氧乙酸异辛酯乳油还应符合表 1 要求。

表 1 氯氟吡氧乙酸异辛酯乳油控制项目指标

项目	指标	
	288 g/L	360 g/L
氯氟吡氧乙酸异辛酯质量分数 ^a /％	28.8 $\pm$ _{1.5} ^{1.5}	36.0 $\pm$ _{1.8} ^{1.8}
氯氟吡氧乙酸异辛酯质量浓度(20 ℃)/(g/L)	288 $\pm$ ₁₅ ¹⁵	360 $\pm$ ₁₈ ¹⁸
水分/％ ≤	0.8	
pH 范围	5.0～8.0	
乳液稳定性(稀释 200 倍)	合 格	
低温稳定性 ^b	合 格	
热贮稳定性 ^b	合 格	
^a 当发生争议时,以氯氟吡氧乙酸异辛酯质量分数为仲裁。 ^b 正常生产情况下,低温、热贮稳定性试验每 3 个月至少检验一次。		

4 试验方法

安全提示: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。

4.1 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 中的 4.3.3 修约值比较法进行。

4.2 抽样

按 GB/T 1605—2001 中“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 250 mL。

4.3 鉴别试验

高效液相色谱法——本鉴别试验可与氯氟吡氧乙酸异辛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氯氟吡氧乙酸异辛酯的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

当用以上方法对有效成分鉴别有疑问时,可采用其他有效方法进行鉴别。

4.4 氯氟吡氧乙酸异辛酯质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样用甲醇溶解,以甲醇+水为流动相,使用以 C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器(235 nm),对试样中的氯氟吡氧乙酸异辛酯进行反相高效液相色谱分离,外标法定量。也可使用气相色谱法测定,色谱操作条件参见附录 B。

4.4.2 试剂和溶液

甲醇:色谱纯;

水:新蒸二次蒸馏水;

氯氟吡氧乙酸异辛酯标样:已知氯氟吡氧乙酸异辛酯质量分数, $w \geq 99.0\%$ 。

4.4.3 仪器

高效液相色谱仪:具有紫外可变波长检测器;

色谱数据处理机或工作站;

色谱柱:150 mm $\times$ 4.6 mm(i.d.)不锈钢柱,内装 C_{18} 、5 μ m 填充物;

过滤器:滤膜孔径约 0.45 μ m;

微量进样器:50 μ L;

定量进样管:5 μ L;

超声波清洗器。

4.4.4 高效液相色谱操作条件

流动相: ϕ (甲醇:水)=80:20,经滤膜过滤,并进行脱气;

流速:1.0 mL/min;

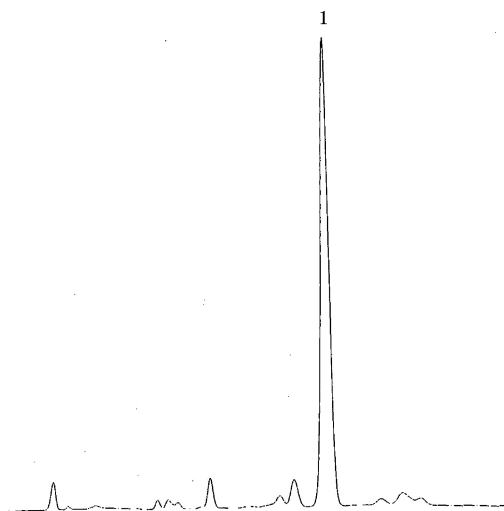
柱温:室温;

检测波长:235 nm;

进样体积:5 μ L;

保留时间:氯氟吡氧乙酸异辛酯约 9.7 min。

上述操作参数是典型的,可根据不同仪器特点,对给定的操作参数作适当调整,以期获得最佳效果。
典型的氯氟吡氧乙酸异辛酯乳油高效液相色谱图见图 1。



说明:

1——氯氟吡氧乙酸异辛酯。

图 1 氯氟吡氧乙酸异辛酯乳油的高效液相色谱图

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的制备

称取氯氟吡氧乙酸异辛酯标样 0.1 g(精确至 0.000 1 g),置于 50 mL 容量瓶中,加甲醇振摇使之溶解,用甲醇稀释至刻度,摇匀。用移液管吸取 5 mL 上述试液于另一 50 mL 容量瓶中用甲醇稀释至刻度,摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的制备

称取含氯氟吡氧乙酸异辛酯 0.1 g 的试样(精确至 0.000 1 g),置于 50 mL 容量瓶中,加甲醇振摇使之溶解,用甲醇稀释至刻度,摇匀。用移液管吸取 5 mL 上述试液于另一 50 mL 容量瓶中用甲醇稀释至刻度,摇匀。

4.4.5.3 测定

在上述操作条件下,待仪器稳定后,连续注入数针标样溶液,直至相邻两针氯氟吡氧乙酸异辛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。

4.4.5.4 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氯氟吡氧乙酸异辛酯峰面积进行平均。试样中氯氟吡氧乙酸异辛酯的质量分数按式(1)计算,氯氟吡氧乙酸异辛酯质量浓度按式(2)计算:

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

$$\rho_1 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot \rho \cdot w \times 10}{A_1 \cdot m_2} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

w_1 ——试样中氯氟吡氧乙酸异辛酯峰的质量分数,以%表示;

A_2 ——试样溶液中,氯氟吡氧乙酸异辛酯峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量,单位为克(g);

w ——标样中氯氟吡氧乙酸异辛酯的质量分数,以%表示;

A_1 ——标样溶液中,氯氟吡氧乙酸异辛酯峰面积的平均值;

m_2 ——试样的质量,单位为克(g);

ρ_1 ——试样中氯氟吡氧乙酸异辛酯的质量浓度,单位为克每升(g/L);

ρ ——20℃时试样的密度,单位为克每毫升(g/mL)(按 GB/T 4472 进行测定)。

4.4.5.5 允许差

氯氟吡氧乙酸异辛酯质量分数两次平行测定结果之差应不大于 0.8%,取其算术平均值作为测定结果。

4.5 水分的测定

按 GB/T 1600 中的“卡尔·费休”法进行。

4.6 pH 的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.7 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,量筒中无浮油(膏)、沉油和沉淀析出为合格。

4.8 低温稳定性试验

按 GB/T 19137 中“乳剂和均相液体制剂”进行。离心管底部离析物的体积不超过 0.3 mL 为合格。

4.9 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136 中“液体制剂”进行。于热贮后 24 h 内对氯氟吡氧乙酸异辛酯质量分数、乳液稳定性项目进行检测,贮后氯氟吡氧乙酸异辛酯质量分数不低于热贮前测得质量分数的 97%,乳液稳定性符合标准要求,即为合格。

4.10 产品的检验与验收

应符合 GB/T 1604 的规定。

5 标志、标签、包装、贮运、安全、保证期

5.1 标志、标签、包装

氯氟吡氧乙酸异辛酯乳油的标志、标签、包装应符合 GB 4838 的规定。

氯氟吡氧乙酸异辛酯乳油的包装应用清洁、干燥的带外盖的塑料瓶包装,每瓶净含量 80 g、100 g、200 g 等;外包装有钙塑箱或瓦楞纸箱,每箱净含量应不超过 15 kg。也可根据用户要求或订货协议采用其他形式的包装,但需符合 GB 4838 的规定。

5.2 贮运

氯氟吡氧乙酸异辛酯乳油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。

5.3 安全

氯氟吡氧乙酸异辛酯属低毒性除草剂。使用本品应带防护手套。如误食,可催吐或送医院治疗。万一发生中毒现象,应立即送医院对症治疗。

5.4 保证期

在规定的贮运条件下,氯氟吡氧乙酸异辛酯乳油的保证期,从生产日期算起为两年。

附 录 A
(资料性附录)

氯氟吡氧乙酸异辛酯的其他名称、结构式和基本物化参数

本产品有效成分氯氟吡氧乙酸异辛酯的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

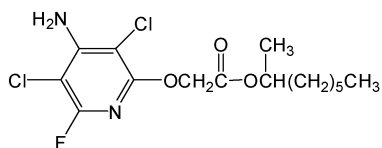
ISO 通用名称: fluroxypyr-mepthyl

其他名称: 氟草烟

CAS 登记号: 81406-37-3

化学名称: 4-氨基-3,5-二氯-6-氟-2-吡啶氧乙酸异辛酯

结构式:



实验式: $C_{15}H_{21}Cl_2FN_2O_3$

相对分子质量: 367.24

生物活性: 除草

熔点(°C): 58.2~60

蒸气压: (20 °C, mPa) 1.139×10^{-3}

溶解度(20 °C, g/L): 水中 9.1×10^{-2} 、丙酮中 867、甲醇中 469、乙酸乙酯中 792、二氯甲烷中 896、甲苯中 735、二甲苯中 642、己烷中 45、溶于三氯甲烷

稳定性: 在常温贮存条件下, 高于熔点分解, 可见光中稳定。水解 DT_{50} 为 454 d (pH 7), 3.2 d (pH 9); pH 5 时稳定, 在水中 DT_{50} 为 1 d~3 d

附 录 B

(资料性附录)

氯氟吡氧乙酸异辛酯质量分数气相色谱测定方法

B.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解,以邻苯二甲酸二戊酯为内标物,使用 HP-5 毛细管柱和氢火焰离子化检测器,对试样中的氯氟吡氧乙酸异辛酯进行气相色谱分离和测定,内标法定量。

B.2 试剂和溶液

三氯甲烷;

氯氟吡氧乙酸异辛酯标样:已知质量分数, $w \geq 99.0\%$;

内标物:邻苯二甲酸二戊酯,应没有干扰分析的杂质;

内标溶液:称取邻苯二甲酸二戊酯 2.5 g,置于 250 mL 容量瓶中,用三氯甲烷溶解并稀释至刻度,摇匀。

B.3 仪器

气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器;

色谱处理机或色谱工作站;

色谱柱:30 m $\times$ 0.32 mm(i.d.)毛细管柱,键合 HP-5(5%苯甲基硅酮),膜厚 0.25 μ m。

B.4 气相色谱操作条件

温度($^{\circ}$ C):柱温 220,气化室 250,检测器室 280;

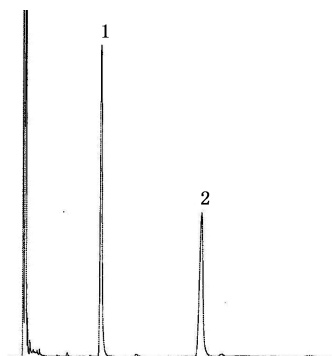
气体流量(mL/min):载气(N_2) 2.0,氢气 30,空气 300,补偿气 25;

分流比:20:1;

进样量(μ L):1.0;

保留时间(min):内标物 4.1,氯氟吡氧乙酸异辛酯 7.5。

上述气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作适当调整,以期获得最佳效果。典型的氯氟吡氧乙酸异辛酯乳油与内标物的气相色谱图见图 B.1。



说明：

1——内标物；

2——氯氟吡氧乙酸异辛酯。

图 B.1 氯氟吡氧乙酸异辛酯乳油与内标物的气相色谱图

B.5 测定步骤

B.5.1 标样溶液的配制

称取氯氟吡氧乙酸异辛酯标样 0.05 g(精确至 0.000 1g),置于具塞玻璃瓶中,用移液管加入 5mL 内标溶液,摇匀。

B.5.2 试样溶液的配制

称取约含氯氟吡氧乙酸异辛酯 0.05 g(精确至 0.000 1 g)的试样,置于具塞玻璃瓶中,用与 B.5.1 同一支移液管加入 5 mL 内标溶液,摇匀。

B.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,计算各针氯氟吡氧乙酸异辛酯与内标物峰面积之比的重复性,待相邻两针氯氟吡氧乙酸异辛酯与内标物峰面积的比的相对变化小于 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。

B.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氯氟吡氧乙酸异辛酯和内标物的峰面积比分别进行平均。试样中氯氟吡氧乙酸异辛酯的质量分数按式(B.1)计算,氯氟吡氧乙酸异辛酯质量浓度按式(B.2)计算:

$$\omega_1 = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot \omega}{r_1 \cdot m_2} \quad \dots\dots\dots (B.1)$$

$$\rho_1 = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot \rho \cdot \omega \times 10}{r_1 \cdot m_2} \quad \dots\dots\dots (B.2)$$

式中:

ω_1 ——试样中氯氟吡氧乙酸异辛酯峰的质量分数,以%表示;

r_2 ——试样溶液中,氯氟吡氧乙酸异辛酯峰面积与内标物峰面积比的平均值;

m_1 ——标样的质量,单位为克(g);

- w ——标样中氯氟吡氧乙酸异辛酯的质量分数,以 % 表示;
- r_1 ——标样溶液中,氯氟吡氧乙酸异辛酯峰面积与内标物峰面积比的平均值;
- m_2 ——试样的质量,单位为克(g);
- ρ_1 ——试样中氯氟吡氧乙酸异辛酯的质量浓度,以 g/L 表示;
- ρ ——20 °C 时试样的密度,单位为克每毫升(g/mL)(按 GB/T 4472 测定)。

B.7 允许差

氯氟吡氧乙酸异辛酯质量分数两次平行测定结果之差不大于 0.8%,取其算术平均值作为测定结果。
