



中华人民共和国国家标准

GB/T 34159—2017

高效氟吡甲禾灵乳油

Haloxypop-P-methyl emulsifiable concentrates

2017-09-07 发布

2018-04-01 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、安徽丰乐农化有限责任公司、江苏省农用激素技术研究中心有限公司、苏州佳辉化工有限公司、山东绿霸化工股份有限公司、南京华洲药业有限公司、江苏东宝农药化工有限公司、安徽美兰农化有限公司。

本标准主要起草人:于亮、邢君、唐霞、刘惠华、程小虎、孔繁蕾、朱晓东、司金城、刘奎涛、徐开云、毛堂富。

高效氟吡甲禾灵乳油

1 范围

本标准规定了高效氟吡甲禾灵乳油的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运、安全和保证期。
本标准适用于由高效氟吡甲禾灵原药与乳化剂溶解在适宜的溶剂中配制而成的高效氟吡甲禾灵乳油。
注：高效氟吡甲禾灵的其他名称、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 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
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高效氟吡甲禾灵原药与乳化剂溶解在适宜的溶剂中配制而成，应为稳定的均相液体，无可见悬浮物和沉淀。

3.2 技术指标

高效氟吡甲禾灵乳油还应符合表 1 要求。

表 1 高效氟吡甲禾灵乳油质量控制项目指标

项 目	指 标	
	108 g/L	240 g/L
高效氟吡甲禾灵质量分数 ^a /％ 或质量浓度(20 ℃)/(g/L)	10.6 ^{+0.6} _{-0.6}	22.5 ^{+1.3} _{-1.3}
	108 ⁺⁶ ₋₆	240 ⁺¹⁴ ₋₁₄

表 1 (续)

项 目	指 标	
	108 g/L	240 g/L
pH 值范围	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 当质量发生争议时,以高效氟吡甲禾灵质量分数为仲裁。		
^b 正常生产时,低温稳定性和热贮稳定性试验,每 6 个月至少进行一次测定。		

4 试验方法

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“商品原药采样”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 100 g。

4.3 鉴别试验

液相色谱法——本鉴别试验可与高效氟吡甲禾灵质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中某个色谱峰的保留时间与标样溶液中高效氟吡甲禾灵的色谱峰的保留时间,其相对差值应在 2.0% 以内。

4.4 高效氟吡甲禾灵质量浓度(分数)的测定

4.4.1 方法提要

试样用流动相溶解,以正庚烷+异丙醇为流动相,使用以 AD-H Chiralcel-OK 为填料的不锈钢柱和紫外检测器(280 nm),对试样中的高效氟吡甲禾灵进行高效液相色谱分离和测定。

4.4.2 试剂和溶液

正庚烷;

异丙醇;

高效氟吡甲禾灵标样:已知高效氟吡甲禾灵质量分数, $w \geq 96.0\%$ 。

4.4.3 仪器

高效液相色谱仪:具有可变波长紫外检测器;

色谱数据处理机或工作站;

色谱柱:300 mm×4.6 mm(i.d.)不锈钢柱,内装 AD-H Chiralcel-OK 5 μ m 填充物(或同等效果的

色谱柱)；

过滤器:滤膜孔径约 0.45 μm ；

微量进样器:50 μL ；

定量进样管:5 μL ；

超声波清洗器。

4.4.4 高效液相色谱操作条件

流动相: Ψ (正庚烷:异丙醇)=98:2；

流速:1.0 mL/min；

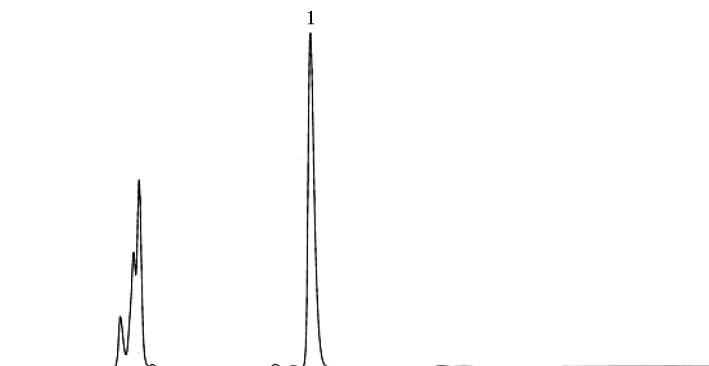
柱温:室温(温差变化应不大于 2 $^{\circ}\text{C}$)；

检测波长:280 nm；

进样体积:5 μL ；

保留时间:高效氟吡甲禾灵约 9.9 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。
典型的高效氟吡甲禾灵乳油高效液相色谱图见图 1。



说明:

1——高效氟吡甲禾灵。

图 1 高效氟吡甲禾灵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 0.1 g(精确至 0.000 1 g)高效氟吡甲禾灵标样,置于 50 mL 容量瓶中,用流动相稀释至刻度,超声波振荡 5 min 使试样溶解,冷却至室温,摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 于 25 mL 容量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的制备

称取含高效氟吡甲禾灵 0.1 g(精确至 0.000 1 g)的试样,置于 50 mL 容量瓶中,用流动相稀释至刻度,超声波振荡 5 min 使试样溶解,冷却至室温,摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 于 25 mL 容量瓶中,用流动相稀释至刻度,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,直至相邻两针高效氟吡甲禾灵峰面积

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高效氟吡甲禾灵峰面积分别进行平均。试样中高效氟吡甲禾灵的质量浓度按式(1)计算,试样中高效氟吡甲禾灵质量分数按式(2)计算:

$$\rho_1 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot \rho \cdot w \times 10}{A_1 \cdot m_2} \dots\dots\dots (1)$$

$$w_1 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot w}{A_1 \cdot m_2} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

ρ_1 ——试样中高效氟吡甲禾灵的质量浓度,单位为克每升(g/L);

A_2 ——试样溶液中,高效氟吡甲禾灵峰面积的平均值;

m_1 ——标样的质量,单位为克(g);

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

w ——标样中高效氟吡甲禾灵的质量分数,以%表示;

A_1 ——标样溶液中,高效氟吡甲禾灵峰面积的平均值;

m_2 ——试样的质量,单位为克(g);

w_1 ——试样中高效氟吡甲禾灵质量分数,以%表示。

4.4.6 允许差

高效氟吡甲禾灵质量分数(质量浓度)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 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.6 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。

4.7 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。

4.8 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136 中“液体制剂”进行。热贮后,高效氟吡甲禾灵质量分数不应低于热贮前测得高效氟吡甲禾灵质量分数的 95%;乳液稳定性符合标准要求。

4.9 产品的检验和验收

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、安全和保证期

5.1 标志、标签、包装

高效氟吡甲禾灵乳油的标志、标签和包装应符合 GB 4838 的规定。

高效氟吡甲禾灵乳油用洁净、干燥的玻璃瓶或聚酯瓶包装,每瓶净含量为 10 mL(g)、50 mL(g)、500 mL(g),外用瓦楞纸箱包装,每箱净容量 4 L、10 L 或 100 L、200 L 大桶包装。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

高效氟吡甲禾灵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

本品属低毒性除草剂。吞噬和吸入均有毒,可经皮肤渗入。使用本品时要戴防护镜和胶皮手套穿必要的防护衣物。施药后应用肥皂和清水冲洗。误服者应立即送医院对症治疗。

5.4 保证期

在规定的贮存、运输条件下,高效氟吡甲禾灵乳油的保证期,从生产日期算起为 2 年。

附 录 A
(资料性附录)

高效氟吡甲禾灵的其他名称、结构式和基本物化参数

本产品有效成分高效氟吡甲禾灵的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

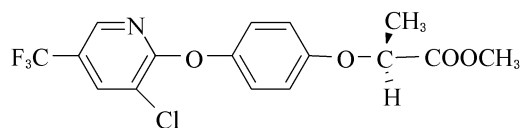
通用名称：高效氟吡甲禾灵

ISO 通用名称：haloxyfop-P-methyl

CAS 登录号：72619-32-0

化学名称：(R)-2-[4-(3-氯-5-三氟甲基-2-吡啶氧基)苯氧基]丙酸甲酯

结构式：



实验式： $C_{16}H_{13}ClF_3NO_4$

相对分子质量：375.7

生物活性：除草剂

沸点：大于 280 °C

蒸气压：0.328 mPa(25 °C)

溶解度(25 °C)：水 8.74 mg/L；(20 °C)丙酮、环己酮、二氯甲烷、乙醇、甲醇、甲苯、二甲苯大于 1 kg/L

稳定性：在一般贮存条件下稳定，土壤中 DT 50 为 20 h