



中华人民共和国国家标准

GB/T 34157—2017

高效氟吡甲禾灵原药

Haloxypop-P-methyl technical material

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:山东绿霸化工股份有限公司、南京华洲药业有限公司、安徽丰乐农化有限责任公司、利尔化学股份有限公司。

本标准主要起草人:于亮、邢君、司金城、刘奎涛、金劲松、刘惠华、唐霞。

高效氟吡甲禾灵原药

1 范围

本标准规定了高效氟吡甲禾灵原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运、安全和验收期。
本标准适用于由高效氟吡甲禾灵和生产中产生的杂质组成的高效氟吡甲禾灵原药。
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 1600 农药水分测定方法
- GB/T 1604—1995 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 19138 农药丙酮不溶物测定方法
- GB/T 28135—2011 农药酸(碱)度测定方法 指示剂法

3 要求

3.1 外观

浅黄色或浅褐色黏稠液体，无可见的外来物和添加的改性剂。

3.2 技术指标

高效氟吡甲禾灵原药还应符合表 1 要求。

表 1 高效氟吡甲禾灵原药质量控制项目指标

项 目	指 标
高效氟吡甲禾灵质量分数/%	≥ 95.0
丙酮不溶物 ^a /%	≤ 0.3
水分/%	≤ 0.5
酸度(以 H ₂ SO ₄ 计)/%	≤ 0.1
^a 正常生产时，丙酮不溶物每 3 个月至少测定一次。	

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

红外光谱法——试样与标样在 $4\,000\text{ cm}^{-1}\sim 400\text{ cm}^{-1}$ 范围的红外吸收光谱图应没有明显区别。标样红外光谱图见图 1。

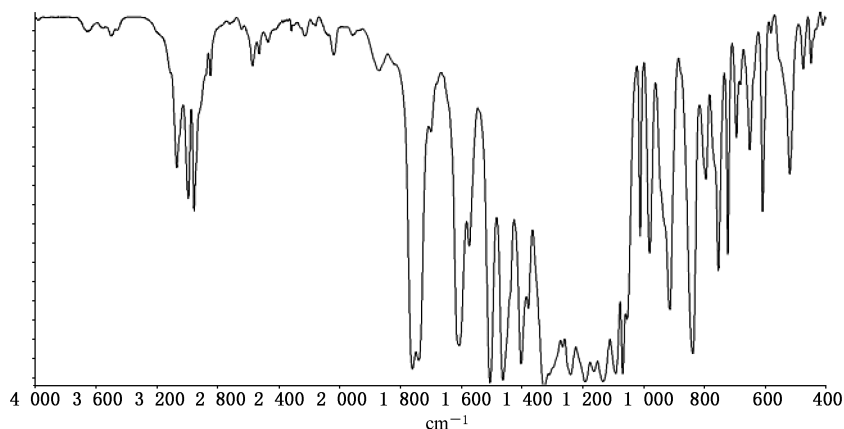


图 1 高效氟吡甲禾灵标准红外光谱图

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 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： Ψ (正庚烷：异丙醇)=98：2；

流速：1.0 mL/min；

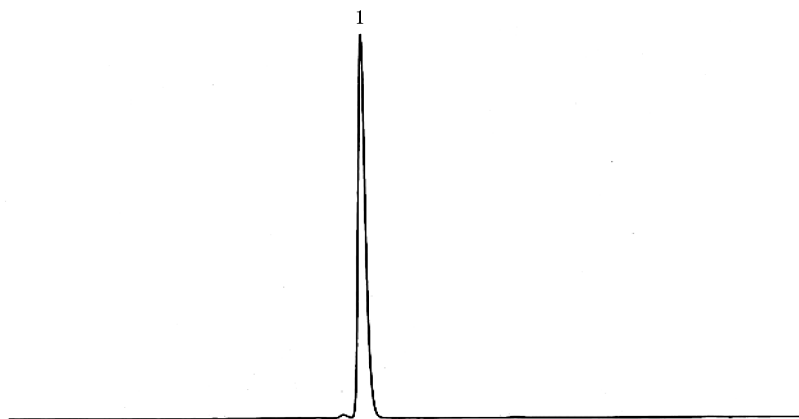
柱温：室温(温差变化应不大于 2 $^{\circ}$ C)；

检测波长：280 nm；

进样体积：5 μ L；

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原药高效液相色谱图见图 2。



说明：

1——高效氟吡甲禾灵。

图 2 高效氟吡甲禾灵原药的高效液相色谱图

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分数按式(1)计算:

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

式中:

w_1 ——试样中高效氟吡甲禾灵质量分数,以%表示;

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);

w ——高效氟吡甲禾灵标样的质量分数,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)。

4.4.6 允许差

高效氟吡甲禾灵质量分数两次平行测定结果之差,应不大于 1.2%,取其算术平均值作为测定结果。

4.5 丙酮不溶物的测定

按 GB/T 19138 进行。

4.6 水分的测定

按 GB/T 1600 中的“卡尔·费休法”进行。

4.7 酸度的测定

称取试样 5 g,按 GB/T 28135—2011 中的“农药原药测定方法”进行。

4.8 产品的检验与验收

产品的检验与验收应符合 GB/T 1604—1995 的规定。

5 标志、标签、包装、贮运、安全和验收期

5.1 标志、标签、包装

高效氟吡甲禾灵原药的标志、标签、包装应符合 GB 3796 的规定;高效氟吡甲禾灵原药应采用内包装为聚乙烯袋,外包装为铁桶的形式包装,每桶净含量一般为 100 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 3796 的规定。

5.2 贮运

高效氟吡甲禾灵原药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 验收期

高效氟吡甲禾灵原药验收期为 1 个月。从交货之日起,在一个月內完成产品质量验收,其各项指标均应符合标准要求。

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：

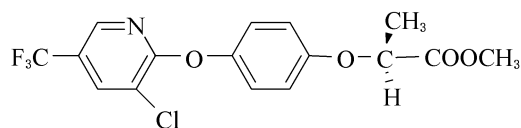
通用名称：高效氟吡甲禾灵

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