



中华人民共和国国家标准

GB 28156—2011

乙羧氟草醚乳油

Fluoroglycofen-ethyl emulsifiable concentrates

2011-12-30 发布

2012-04-15 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



中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
乙 羧 氟 草 醚 乳 油
GB 28156—2011

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 16 千字
2012年3月第一版 2012年3月第一次印刷

*

书号: 155066·1-44699 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107

前 言

本标准的第3章、第5章是强制性的,其余是推荐性的。

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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这些专利的责任。

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:江苏长青农化股份有限公司。

本标准主要起草人:于亮、李秀杰、吉瑞香、吉玉平。

乙 羧 氟 草 醚 乳 油

1 范围

本标准规定了乙羧氟草醚乳油的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运和保证期。

本标准适用于由乙羧氟草醚原药与乳化剂溶解在适宜的溶剂中配制而成的乙羧氟草醚乳油。

注：乙羧氟草醚的其他名称、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 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 组成和外观

本品应由符合标准的乙羧氟草醚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，无可见的悬浮物和沉淀。

3.2 技术指标

乙羧氟草醚乳油应符合表 1 要求。

表 1 乙羧氟草醚乳油质量控制项目指标

项 目	指 标	
乙羧氟草醚质量分数/%	$10.0^{+1.0}_{-1.0}$	$20.0^{+1.2}_{-1.2}$
水分质量分数/%	≤ 0.5	
pH 值范围	4.0~6.0	
乳液稳定性(稀释 200 倍)	合格	

表 1 (续)

项 目	指 标
低温稳定性 ^a	合格
热贮稳定性 ^a	合格
^a 正常生产时,低温稳定性和热贮稳定性试验,每六个月至少进行一次测定。	

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

液相色谱法——本鉴别试验可与乙羧氟草醚质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中某一色谱峰的保留时间与标样溶液中乙羧氟草醚色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

气相色谱法——本鉴别试验可与乙羧氟草醚质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下,试样溶液中某一色谱峰的保留时间与标样溶液中乙羧氟草醚色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

4.4 乙羧氟草醚质量分数的测定

4.4.1 毛细管气相色谱法(仲裁法)

4.4.1.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解,以邻苯二甲酸双环己酯为内标物,使用 HP-5 涂壁的石英毛细管柱,和氢火焰离子化检测器,对试样中的乙羧氟草醚进行毛细管气相色谱分离和测定。

4.4.1.2 试剂和溶液

三氯甲烷;

乙羧氟草醚标样:已知质量分数 $w \geq 99.0\%$;

邻苯二甲酸双环己酯:不含有干扰分析的杂质;

内标溶液:称取 7.5 g 的邻苯二甲酸双环己酯置于 1 000 mL 的容量瓶中,用三氯甲烷溶解、定容、摇匀。

4.4.1.3 仪器

气相色谱仪:具氢火焰离子化检测器;

色谱柱:30 m×0.32 mm(i. d.)石英毛细柱,内壁涂 HP-5,膜厚 0.25 μm;

色谱数据处理机或色谱工作站。

4.4.1.4 气相色谱操作条件

温度(°C):柱室 230,气化室 260,检测室 280;

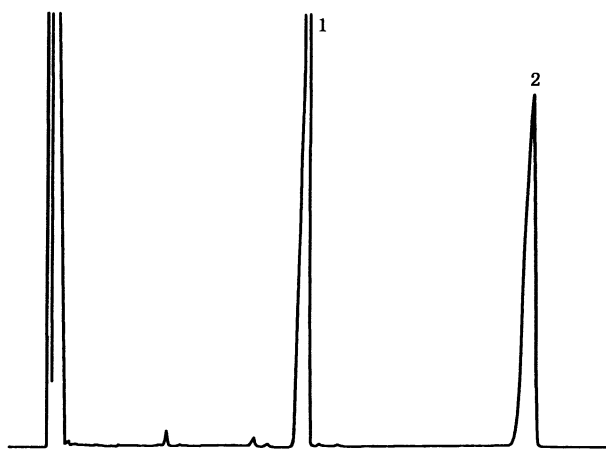
气体流量(mL/min):载气(N₂)1.8,氢气 30,空气 300,补偿气 25;

分流比:30:1;

进样体积:1.0 μL;

保留时间:乙羧氟草醚约 10.8 min,内标物约 7.9 min。

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。典型的乙羧氟草醚乳油与内标物的气相色谱图见图 1。



1——内标物;

2——乙羧氟草醚。

图 1 乙羧氟草醚乳油与内标物的气相色谱图

4.4.1.5 测定步骤

4.4.1.5.1 标样溶液的配制

称取乙羧氟草醚标样 0.05 g(精确至 0.000 2 g),置于一具塞玻璃瓶中,用移液管准确加入 5 mL 内标溶液,摇匀。

4.4.1.5.2 试样溶液的配制

称取含乙羧氟草醚 0.05 g 的试样(精确至 0.000 2 g),置于一具塞的玻璃瓶中,用与 4.4.1.5.1 中使用的同一支移液管准确加入 5 mL 内标溶液,摇匀。

4.4.1.5.3 测定

在上述色谱操作条件下,待仪器稳定后,连续注入数针标样溶液,直至相邻两针乙羧氟草醚与内标

物的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分析测定。

4.4.1.5.4 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乙羧氟草醚与内标物的峰面积比分别进行平均。试样中乙羧氟草醚质量分数按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{r_2 \times m_1 \times w}{r_1 \times m_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- w_1 ——试样中乙羧氟草醚质量分数,以%表示;
- r_2 ——试样溶液中乙羧氟草醚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 ——标样中乙羧氟草醚的质量分数,以%表示;
- r_1 ——标样溶液中乙羧氟草醚与内标物峰面积比的平均值;
- m_2 ——试样的质量,单位为克(g)。

4.4.1.6 允许差

两次平行测定结果之差应不大于0.5%,取其算术平均值作为测定结果。

4.4.2 高效液相色谱法

4.4.2.1 方法提要

试样用乙腈溶解,以甲醇+水+冰乙酸为流动相,使用以 Nova-Pak C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器(230 nm),对试样中的乙羧氟草醚进行高效液相色谱分离和测定。

4.4.2.2 试剂和溶液

- 甲醇:色谱纯;
- 乙腈:色谱纯;
- 冰乙酸;
- 水:新蒸二次蒸馏水;
- 乙羧氟草醚标样:已知乙羧氟草醚质量分数 $w \geq 99.0\%$ 。

4.4.2.3 仪器

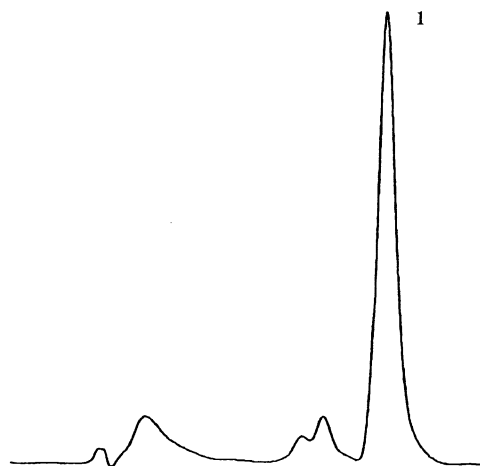
- 高效液相色谱仪:具有可变波长紫外检测器;
- 色谱数据处理机或工作站;
- 色谱柱:150 mm $\times$ 3.9 mm (i. d.) 不锈钢柱,内装 Nova-Pak C_{18} 、5 μ m 填充物(或同等效果的色谱柱);
- 过滤器:滤膜孔径约 0.45 μ m;
- 微量进样器:50 μ L;
- 定量进样管:5 μ L;
- 超声波清洗器。

4.4.2.4 高效液相色谱操作条件

流动相: $\Psi(\text{CH}_3\text{OH} : \text{H}_2\text{O} : \text{CH}_3\text{COOH}) = 75 : 25 : 0.2$;

流速:1.0 mL/min;
柱温:室温(温差变化应不大于 2℃);
检测波长:230 nm;
进样体积:5 μL;
保留时间:乙羧氟草醚约 7.0 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。
典型的乙羧氟草醚乳油高效液相色谱图见图 2。



1——乙羧氟草醚。

图 2 乙羧氟草醚乳油的高效液相色谱图

4.4.2.5 测定步骤

4.4.2.5.1 标样溶液的制备

称取 0.1 g 乙羧氟草醚标样(精确至 0.000 2 g),置于 50 mL 容量瓶中,用乙腈稀释至刻度,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 50 mL 容量瓶中,用乙腈稀释至刻度,摇匀。

4.4.2.5.2 试样溶液的制备

称取含乙羧氟草醚 0.1 g 的试样(精确至 0.000 2 g),置于 50 mL 容量瓶中,用乙腈稀释至刻度,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 50 mL 容量瓶中,用乙腈稀释至刻度,摇匀。

4.4.2.5.3 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,直至相邻两针乙羧氟草醚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。

4.4.2.5.4 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乙羧氟草醚峰面积分别进行平均。试样中乙羧氟草醚的质量分数 w_2 按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot w}{A_1 \cdot m_2} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

w_2 ——试样中乙羧氟草醚的质量分数,以 % 表示;

A_2 ——试样溶液中乙羧氟草醚峰面积的平均值;

m_1 ——乙羧氟草醚标样的质量,单位为克(g);

w ——乙羧氟草醚标样的质量分数,以 % 表示;

A_1 ——标样溶液中乙羧氟草醚峰面积的平均值;

m_2 ——试样的质量,单位为克(g)。

4.4.2.6 允许差

乙羧氟草醚质量分数两次平行测定结果之差应不大于 0.5%,取其算术平均值作为测定结果。

4.5 水分质量分数的测定

按 GB/T 1600 中的“卡尔·费休法”进行。

4.6 pH 值的测定

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。热贮后,乙羧氟草醚质量分数不应低于热贮前测得乙羧氟草醚质量分数的 97%;乳液稳定性符合标准要求。

4.10 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

乙羧氟草醚乳油的标志、标签和包装应符合 GB 4838 的规定。

乙羧氟草醚乳油用洁净、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

乙羧氟草醚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

本品对皮肤有中等刺激作用,对眼睛有强刺激作用。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,应立即用肥皂和水洗净。如皮肤、眼睛不慎沾上本品,应立即用大量清水冲洗。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,乙羧氟草醚乳油的保证期,从生产日期算起为两年。

附录 A

(资料性附录)

乙羧氟草醚的其他名称、结构式和基本物化参数

乙羧氟草醚的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

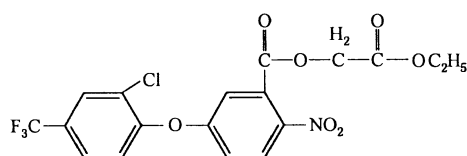
通用名称：乙羧氟草醚

ISO 通用名称：Fluoroglyphen-ethyl

CAS 登录号：77 501-90-7

化学名称：O-[5-(2-氯- α,α,α -三氟-对-甲苯氧基)-2-硝基苯甲酰基]羟基乙酸乙酯

结构式：



实验式： $C_{18}H_{13}ClF_3NO_7$

相对分子质量：447.8

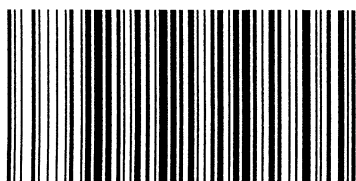
生物活性：除草剂；

熔点：65℃；

蒸气压：小于 133 Pa(25℃)

溶解度(25℃)：水中 0.6 mg/L；大多数有机溶剂大于 100 g/kg

稳定性：0.25 mg/L 水溶液在 22℃ 下的 DT_{50} 约 231 d(pH5)、15 d(pH7)、0.15 d(pH9)；其水悬浮液因紫外光而迅速分解；土壤中因微生物而迅速降解， DT_{50} 约 11 h。



GB 28156—2011

版权专有 侵权必究

*

书号：155066 · 1-44699

定价：16.00 元