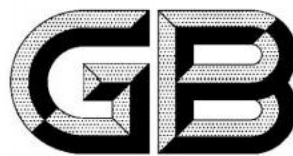


ICS 65.100.10
G 25



中华人民共和国国家标准

GB/T 20696—2021

代替GB/T 20696—2006

高效氯氟氰菊酯乳油

Lambda-cyhalothrin emulsifiable concentrate

2021-03-09发布

2021-10-01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

本标准按照GB/T1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替GB/T 20696—2006《高效氯氟氰菊酯乳油》，本标准与GB/T 20696—2006 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 修改了关于外观的描述(见3.1, 2006年版的3.1)；
 - 删除了高效氯氟氰菊酯质量分数的标示值，增加了具体质量分数值，并规定上下限(见3.2, 2006年版的3.2)；
 - 修改了pH 值指标(见3.2, 2006年版的3.2)；
 - 删除了水分控制项目、指标和分析方法(见2006年版的3.2和4.4)；
 - 修改了乳液稳定性、低温稳定性、热储稳定性指标(见3.2, 2006年版的3.2)；
 - 增加了持久起泡性控制项目、指标和分析方法(见3.2和4.6)；
 - 修改了气相色谱法内标溶液的溶剂(见4.3.2.2.5, 2006年版的4.3.2.2)；
 - 修改了关于热储稳定性的描述(见4.8, 2006年版的4.8)；
 - 增加了“检验规则”一章(见第5章)；
 - 将“抽样”调整至“检验规则”一章，标题改为“采样”(见5.1, 2006年版的4.1)。
- 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。

本标准起草单位：广西田园生化股份有限公司、先正达南通作物保护有限公司、安徽美兰农业发展股份有限公司、江苏扬农化工股份有限公司、济南天邦化工有限公司、江西正邦作物保护有限公司、江苏东宝农化股份有限公司、宜兴兴农化工制品有限公司、沈阳化工研究院有限公司。

高效氯氟氰菊酯乳油

1 范围

本标准规定了高效氯氟氰菊酯乳油的技术要求、试验方法、检验规则、验收和质量保证期以及标志、标签、包装、储运。

本标准适用于由高效氯氟氰菊酯原药与乳化剂溶解在适宜溶剂中配制而成的高效氯氟氰菊酯乳油。

注：高效氯氟氰菊酯的其他名称、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 1601 农药pH值的测定方法

GB/T1603 农药乳液稳定性测定方法

GB/T 1604 商品农药验收规则

GB/T1605—2001 商品农药采样方法

GB 4838 农药乳油包装

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 28137 农药持久起泡性测定方法

GB/T 32776—2016 农药密度测定方法

3 技术要求

3.1 外观

均相油状液体，无明显的悬浮物和沉淀。

3.2 技术指标

高效氯氟氰菊酯乳油应符合表1要求。

表 1 高效氯氟氰菊酯乳油技术指标

项 目	指 标			
	0.6%规格	2.5%规格	25 g/L规格	50 g/L规格
高效氯氟氰菊酯质量分数 w /%	0.60 ± 8.9	2.5 ± 8.4	2.8 ± 8.4	5.6 ± 0.6
高效氯氟氰菊酯质量浓度 b (20℃)/(g/L)			25 ± 4	50 ± 6
pH值	3.0~7.0			
乳液稳定性(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	离心管底部析物的体积不超过0.3 mL			
热储稳定性	热储后, 高效氯氟氰菊酯质量分数不低于热储前的95%, 乳液稳定性和pH值仍应符合表1要求			
<p>若同时测定了质量浓度和质量分数, 发生质量争议时, 以高效氯氟氰菊酯质量分数为仲裁。 高效氯氟氰菊酯质量浓度的测定仅适用于标识质量浓度的产品。</p> <p>正常生产时, 低温稳定性、热储稳定性试验每3个月至少进行一次。</p>				

4 试验方法

警示: 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

除非另有说明, 在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。检验结果的判定按GB/T 8170—2008中的4.3.3进行。

4.2 鉴别试验

下列方法任选其一。当用一种方法不能确定时, 应再使用另一种方法加以确定。

- a) 高效液相色谱法——本鉴别试验可与高效氯氟氰菊酯质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下, 试样溶液中某个色谱峰的保留时间与标样溶液中高效氯氟氰菊酯的色谱峰的保留时间, 其相对差值应在1.5%以内。

- b) 气相色谱法——本鉴别试验可与高效氯氟氰菊酯质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液中某个色谱峰的保留时间与标样溶液中高效氯氟氰菊酯的色谱峰的保留时间，其相对差值应在1.5%以内。

4.3 高效氯氟氰菊酯质量分数(质量浓度)的测定

4.3.1 高效液相色谱法(仲裁法)

4.3.1.1 原理

试样用流动相溶解定容，以正己烷十四氢呋喃为流动相，使用以硅胶为填料的不锈钢柱和紫外检测

器，在波长278 nm 下，对试样中的高效氯氟氰菊酯进行正相高效液相色谱分离，外标法定量。

4.3.1.2 试剂或材料

4.3.1.2.1 正己烷：色谱纯。

4.3.1.2.2 四氢呋喃。

4.3.1.2.3 高效氯氟氰菊酯标样：已知高效氯氟氰菊酯质量分数， $w \geq 98.0\%$ 。

4.3.1.3 仪器设备

4.3.1.3.1 高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

4.3.1.3.2 色谱数据处理机或工作站。

4.3.1.3.3 色谱柱：250 mm×4.6 mm(i.d.)不锈钢柱，内装硅胶、5 μm 填充物(或同等效果的色谱柱)。

4.3.1.3.4 过滤器：滤膜孔径约0.45 μm 。

4.3.1.3.5 定量进样管：10 μL 。

4.3.1.3.6 超声波清洗器。

4.3.1.4 高效液相色谱操作条件

4.3.1.4.1 流动相： ψ (正己烷：四氢呋喃)=99.3:0.7, 经滤膜过滤，并进行脱气。

4.3.1.4.2 流速：2.0 mL/min。

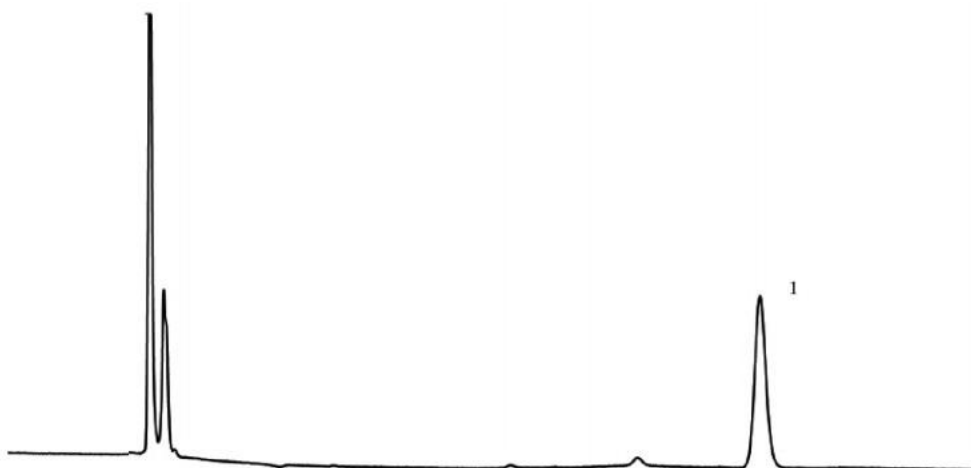
4.3.1.4.3 柱温：室温(温度变化应不大于2℃)。

4.3.1.4.4 检测波长：278 nm。

4.3.1.4.5 进样体积：10 μL 。

4.3.1.4.6 保留时间：高效氯氟氰菊酯约15 min。

4.3.1.4.7 上述操作参数是典型的，可根据不同仪器特点，对给定的操作参数作适当调整，以期获得最佳效果。典型的高效氯氟氰菊酯乳油高效液相色谱图见图1。



说明:

1——高效氯氟氰菊酯。

图 1 高效氯氟氰菊酯乳油的高效液相色谱图

4.3.1.5 试验步骤

4.3.1.5.1 标样溶液的制备

称取0.05 g(精确至0.0001 g) 高效氯氟氰菊酯标样于50 mL 容量瓶中, 加入40 mL 流动相, 超声波振荡10 min 使之溶解, 冷却至室温, 用流动相定容至刻度, 摇匀。

4.3.1.5.2 试样溶液的制备

称取含0.05 g(精确至0.0001 g) 高效氯氟氰菊酯的乳油试样于50 mL容量瓶中, 加入40 mL 流动相, 超声波振荡10 min, 冷却至室温, 用流动相定容至刻度, 摇匀。

4.3.1.5.3 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, 直至相邻两针高效氯氟氰菊酯的峰面积相对变化小于1.5%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。

4.3.1.6 试验数据处理

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氯氟氰菊酯的峰面积分别进行平均, 试样中高效氯氟氰菊酯质量分数按式(1)计算, 质量浓度按式(2)计算:

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

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

式中:

w_1 ——试样中高效氯氟氰菊酯质量分数, 以%表示;

A_2 ——试样溶液中, 高效氯氟氰菊酯的峰面积的平均值

; m_1 ——高效氯氟氰菊酯标样的质量, 单位为克(g);

w ——高效氯氟氰菊酯标样的质量分数, 以%表示;

A_1 ——标样溶液中, 高效氯氟氰菊酯的峰面积的平均值

; m_2 ——试样的质量, 单位为克(g);

ρ_1 ——试样中高效氯氟氰菊酯质量浓度, 单位为克每升(g/L);

ρ ——试样的密度, 单位为克每毫升(g/mL) (按 GB/T 32776—2016中3.1或3.2进行测定)。

高效氯氟氰菊酯质量分数两次平行测定结果之差, 0.6%规格应不大于0.1%, 25 g/L 和2.5%规格应不大于0.3%, 50 g/L 规格应不大于0.4%; 高效氯氟氰菊酯质量浓度两次平行测定结果之差, 25 g/L 规格应不大于3 g/L, 50 g/L规格应不大于4 g/L, 各取其算术平均值作为测定结果。

4.3.2 气相色谱法

4.3.2.1 原理

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。
如要下载或阅读全文，请访问：

<https://d.book118.com/356043153202010203>