

ICS 65.100  
G 25



# 中华人民共和国国家标准

GB 20696—2006

---

## 高效氯氟氰菊酯乳油

Lambda-cyhalothrin emulsifiable concentrates

2006-08-24 发布

2007-04-01 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

本标准的第3章、第5章为强制性的,其余为推荐性的。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会(CSBTS/TC 133)归口。

本标准负责起草单位:沈阳化工研究院。

本标准参加起草单位:南京红太阳股份有限公司、德州恒东农药化工有限公司、上虞市银邦化工有限公司、山东大成农药股份有限公司、江苏扬农化工股份有限公司。

本标准主要起草人:许来威、邢红、刘奎涛、贾爱君、潘荣根、王宝杰、刘卫荣、陈正玲。

## 高效氯氟氰菊酯乳油

该产品有效成分高效氯氟氰菊酯的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

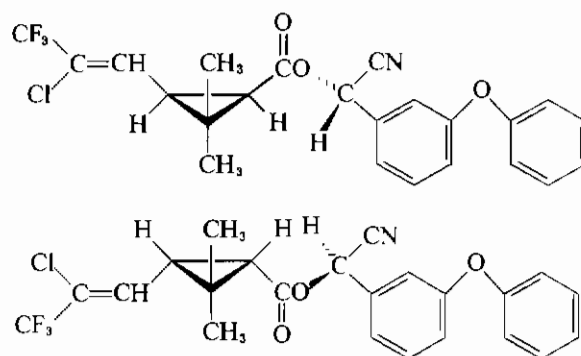
ISO 通用名称：lambda-cyhalothrin

CAS 登录号：91465-08-6

CIPAC 数字代码：463

化学名称：(S)- $\alpha$ -氰基-3-苯氧基苄基(Z)-(1R,3R)-3-(2-氯-3,3,3-三氟丙烯基)-2,2-二甲基环丙烷羧酸酯和(R)- $\alpha$ -氰基-3-苯氧基苄基(Z)-(1S,3S)-3-(2-氯-3,3,3-三氟丙烯基)-2,2-二甲基环丙烷羧酸酯。

结构式：



实验式： $C_{23}H_{19}ClF_3NO_3$

相对分子质量：449.9(按 1997 年国际相对原子质量计)。

生物活性：杀虫。

熔点：49.2℃。

蒸气压：200 nPa(20℃)、200  $\mu$ Pa(60℃)。

相对密度(25℃)：1.33。

溶解度(20℃, g/L)：水中  $5 \times 10^{-6}$  (pH 值 6.5)、 $4 \times 10^{-6}$  (pH 值 5.0)；在丙酮、甲醇、甲苯、正己烷、乙酸乙酯中  $>500$ 。

稳定性：对光稳定；在 15℃~25℃ 条件下贮存 6 个月以上稳定；在酸性条件下稳定；在碱性介质中水解。

### 1 范围

本标准规定了高效氯氟氰菊酯乳油的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

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的溶剂中配制而成的高效氯氟氰菊酯乳油。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 1600—2001 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、相对密度测定通则  
 GB 4838 农药乳油包装  
 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

### 3 要求

3.1 组成和外观：本品应由符合标准的高效氯氟氰菊酯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 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质量控制项目指标

项 目	指 标
高效氯氟氰菊酯质量分数 <sup>a</sup> / % 或质量浓度(20℃)/(g/L)	标示值(精确至小数点后 1 位) 标示值
水分/ %	≤ 0.8
pH 值范围	4.0~7.0
乳液稳定性(稀释 200 倍)	合格
低温稳定性 <sup>b</sup>	合格
热贮稳定性 <sup>b</sup>	合格
a 当发生争议时,以高效氯氟氰菊酯质量分数为仲裁。 b 正常生产时,低温稳定性和热贮稳定性试验,每 3 个月至少进行一次测定。	

### 4 试验方法

#### 4.1 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。

#### 4.2 鉴别试验

下列方法可任选其一。当用一种方法不能确定时,应再使用另一种方法加以确定。

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,试样溶液中某色谱峰的保留时间与标样溶液中主色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

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,试样溶液中某色谱峰的保留时间与标样溶液中主色谱峰的保留时间,其相对差值应在 1.5% 以内。

#### 4.3 高效氯氟氰菊酯质量分数的测定

##### 4.3.1 液相色谱法(仲裁法)

##### 4.3.1.1 方法提要

试样用正己烷+四氢呋喃溶解,以正己烷+四氢呋喃为流动相,使用 ZORBAX RX-SIL 为填充物

的不锈钢柱和紫外检测器,对试样中的高效氯氟氰菊酯进行正相液相色谱分离和测定。

#### 4.3.1.2 试剂和溶液

正己烷:色谱纯;

四氢呋喃:色谱纯;

高效氯氟氰菊酯标样:已知质量分数 $\geq 98.0\%$ 。

#### 4.3.1.3 仪器

液相色谱仪:具有紫外可变波长检测器和定量进样阀;

色谱数据处理机或色谱工作站;

色谱柱:4.6 mm(i. d.) $\times$ 250 mm 不锈钢柱,内装 ZORBAX RX-SIL、粒径为 5  $\mu$ m 的填充物(或具有相同柱效的其他正相色谱柱);

过滤器:滤膜孔径约 0.45  $\mu$ m;

微量进样器:50  $\mu$ L。

#### 4.3.1.4 液相色谱操作条件

流动相:体积比  $\psi$ (正己烷:四氢呋喃)=99.3:0.7;

流动相流量:2.0 mL/min;

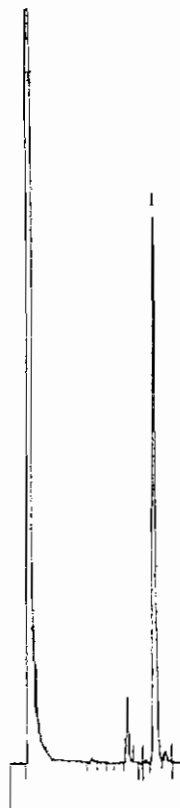
柱温:室温(温差变化应不大于 2 $^{\circ}$ C);

检测波长:278 nm;

进样体积:10  $\mu$ L;

保留时间:高效氯氟氰菊酯约 15 min。

上述液相色谱操作条件,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。典型的高效氯氟氰菊酯乳油的液相色谱图见图 1。



1 高效氯氟氰菊酯。

图 1 高效氯氟氰菊酯乳油的液相色谱图

4.3.1.5 测定步骤

4.3.1.5.1 标样溶液的配制

称取高效氯氟氰菊酯标样 0.05 g(精确至 0.000 2 g),置于 50 mL 容量瓶中,加入 40 mL 流动相,放入超声波浴槽中超声溶解 10 min。取出,冷却至室温后,用流动相定容,摇匀。

4.3.1.5.2 试样溶液的配制

称取含高效氯氟氰菊酯 0.05 g 的试样(精确至 0.000 2 g),置于 50 mL 容量瓶中,加入 40 mL 流动相,放入超声波浴槽中超声溶解 10 min。取出,冷却至室温后,用流动相定容,摇匀。

4.3.1.5.3 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,直至相邻两针高效氯氟氰菊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、标样溶液的顺序进样分析。

4.3.1.6 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的质量分数  $w_1$ (%)按式(1)计算,质量浓度  $\rho$ (g/L)按式(2)计算:

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

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

式中:

$A_1$ ——标样溶液中高效氯氟氰菊酯峰面积的平均值;

$A_2$ ——试样溶液中高效氯氟氰菊酯峰面积的平均值;

$m_1$ ——标样的质量,单位为克(g);

$m_2$ ——试样的质量,单位为克(g);

$w$ ——标样中高效氯氟氰菊酯的质量分数,%;

$d$  ——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)。

4.3.1.7 允许差

高效氯氟氰菊酯质量分数的两次平行测定结果之差,应不大于 0.2%,取其算术平均值作为测定结果。

4.3.2 毛细管柱气相色谱法

4.3.2.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解,以邻苯二甲酸二环己酯为内标物,使用 HP-5(5%苯甲基硅酮)涂壁的石英毛细管柱,分流进样装置和氢火焰离子化检测器,对试样中的高效氯氟氰菊酯进行毛细管气相色谱分离和测定。

4.3.2.2 试剂和溶液

三氯甲烷;

高效氯氟氰菊酯标样:已知质量分数≥98.0%;

邻苯二甲酸二环己酯:不含有干扰分析的杂质;

内标溶液:称取 8.0 g 的邻苯二甲酸二环己酯,于 1 000 mL 的容量瓶中,用三氯甲烷溶解、定容、摇匀。

4.3.2.3 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(5%苯甲基硅酮),膜厚 0.25 μm;

色谱数据处理机或色谱工作站;

进样系统:具有分流和石英内衬装置。

#### 4.3.2.4 气相色谱操作条件

温度:柱室 230℃、气化室 280℃、检测室 280℃;

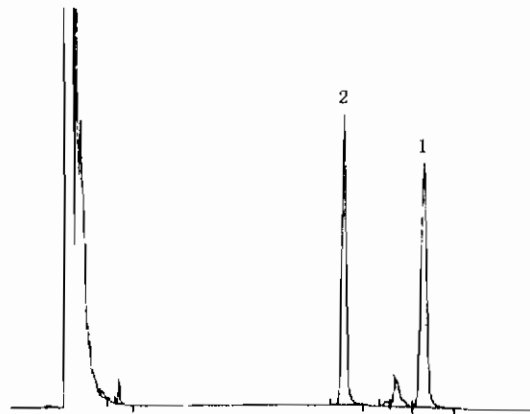
气体流量:载气(N<sub>2</sub>)2.0 mL/min、补偿气(N<sub>2</sub>)25 mL/min、氢气 40 mL/min、空气 300 mL/min;

分流比:40:1;

进样体积:1.0 μL;

保留时间:高效氯氟氰菊酯 8.7 min、内标物 7.0 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。典型的高效氯氟氰菊酯乳油的气相色谱图见图 2。



1——高效氯氟氰菊酯;

2 内标物。

图 2 高效氯氟氰菊酯乳油的气相色谱图

#### 4.3.2.5 测定步骤

##### 4.3.2.5.1 标样溶液的配制

称取高效氯氟氰菊酯标样 0.1 g(精确至 0.000 2 g),于 15 mL 具塞小瓶中,用移液管加入 10.00 mL 内标溶液,摇匀。

##### 4.3.2.5.2 试样溶液的配制

称取含高效氯氟氰菊酯 0.1 g 的试样(精确至 0.000 2 g),于 15 mL 具塞小瓶中,用移液管加入 10.00 mL 内标溶液,摇匀。

##### 4.3.2.5.3 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,直至相邻两针高效氯氟氰菊酯与内标物的峰面积比的相对变化小于 1.0%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。

##### 4.3.2.6 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高效氯氟氰菊酯与内标物的峰面积比分别进行平均。试样中高效氯氟氰菊酯质量分数  $w_1$  (%)按式(3)计算,质量浓度  $\rho$  (g/L)按式(4)计算:

$$w_1 = \frac{r_2 \times m_1 \times w}{r_1 \times m_2} \quad \dots\dots\dots(3)$$

$$\rho = \frac{r_2 \times m_1 \times w}{r_1 \times m_2} \times d \times 10 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

$r_1$ ——标样溶液中高效氯氟氰菊酯与内标物峰面积比的平均值;

$r_2$ ——试样溶液中高效氯氟氰菊酯与内标物峰面积比的平均值;

$m_2$ ——标样的质量,单位为克(g);

$m_2$ ——试样的质量,单位为克(g);

$w$ ——标样中高效氯氟氰菊酯的质量分数,(%);

$d$ ——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)。

#### 4.3.2.7 允许差

两次平行测定结果之差,应不大于 0.2%,取其算术平均值作为测定结果。

#### 4.4 水分的测定

按 GB/T 1600—2001 中的“卡尔·费休法”进行。

#### 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 进行试验和判定。

#### 4.7 低温稳定性试验

按 GB/T 19137—2003 中“乳剂和均相液体制剂”进行,离心管底部析物的体积不超过 0.3 mL 为合格。

#### 4.8 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136—2003 中“液体制剂”进行。热贮后,高效氯氟氰菊酯质量分数、乳液稳定性应符合标准要求。

#### 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。极限数值的处理,采用修约值比较法。

### 5 标志、标签、包装、贮运

5.1 高效氯氟氰菊酯乳油的标签中应标明高效氯氟氰菊酯的质量分数(精确至小数点后 1 位)。

5.2 高效氯氟氰菊酯乳油的标志、标签和包装,应符合 GB 4838 的规定。

5.3 高效氯氟氰菊酯乳油包装件应贮存在通风、干燥的库房中。

5.4 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。

5.5 安全:本品属低毒拟除虫菊酯农药制剂,吞嚥和吸入均有毒,可经皮肤渗入。使用本品时要戴护镜和胶皮手套以及其他必要的防护衣物。如皮肤、眼睛不慎沾上本品,应立即用大量清水冲洗。误服者立即用盐水或芥末水催吐并立即送医院急救。

5.6 保证期:在规定的贮存、运输条件下,高效氯氟氰菊酯乳油的保证期从生产日期算起为 2 年。