

ICS 65.100

G 25

备案号: 15017—2005

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG 3762—2004

---

### 精喹禾灵乳油

Quizalofop-P-ethyl emulsifiable concentrates

2004-12-14 发布

2005-06-01 实施

---

中华人民共和国国家发展和改革委员会 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。

本标准是按照 GB/T 1.1—2000《标准化工作导则 第1部分:标准的结构和编写规则》的要求,并根据国产精啉禾灵乳油质量水平,参考了联合国粮农组织农药规格手册和《农药乳油产品标准编写规范》制定的。

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(CSBTC/TC133)归口。

本标准负责起草单位:农业部农药检定所。

本标准参加起草单位:安徽丰乐农化有限责任公司、江苏省南通江山农药化工股份有限公司。

本标准主要起草人:李国平、单炜力、赵邦斌、王传品、吕胜哉。

本标准由全国农药标准化技术委员会秘书处负责解释。

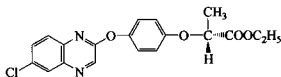
## 精喹禾灵乳油

该产品中精喹禾灵有效成分的其他名称、结构式和基本物化参数如下。

ISO 通用名称: quizaifop-P-ethyl

化学名称: (R)-2-[4-(6-氯喹啉-2-氧基)苯氧基]丙酸乙酯

结构式:



实验式:  $C_{19}H_{17}ClN_2O_4$

相对分子质量: 372.8

生物活性: 除草

熔点:  $76.1^{\circ}\text{C} \sim 77.1^{\circ}\text{C}$

蒸气压( $20^{\circ}\text{C}$ ):  $1.1 \times 10^{-4}$  mPa

溶解度( $20^{\circ}\text{C}$ ): 水中 0.61 mg/L, 丙酮、乙酸乙酯、二甲苯中  $>250$  g/L, 甲醇中 34.9 g/L。

比旋光度( $20^{\circ}\text{C}$ ):  $[\alpha]_D^{20} + 35.9^{\circ}$

稳定性: 在中性和酸性介质中稳定, 对热、光稳定, 在有机溶剂中稳定。

### 1 范围

本标准规定了精喹禾灵乳油的要求、试验方法以及标志、标签、包装和贮运。

本标准适用于由符合标准的精喹禾灵原药与乳化剂、助剂溶解在适宜的溶剂中配制成的精喹禾灵乳油。

### 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。凡是注明日期的引用文件, 其随后所有的修改单(不包括勘误表的内容)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面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 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 1600 农药水分测定方法

GB/T 1603 农药乳剂稳定性测定方法

GB/T 1601 农药 pH 值的测定方法

GB/T 1604 商品农药验收规则

GB/T 1605 商品农药采样方法

GB 3796 农药包装通则

GB 4838 乳油农药包装

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

NY608 农药产品标签通则

### 3 要求

3.1 组成与外观: 本品应由符合标准的原药加工而成, 应是稳定的均相液体, 无可见的悬浮物和沉淀。

## 3.2 精喹禾灵乳油控制项目指标应符合表 1 要求。

表 1 精喹禾灵乳油控制项目指标

项 目	指 标		
	5.0	8.8	10.0
精喹禾灵质量分数, %	5.0 <sup>+0.5</sup> <sub>-0.5</sub>	8.8 <sup>+0.4</sup> <sub>-0.4</sub>	10.0 <sup>+0.5</sup> <sub>-0.5</sub>
R-对映体比例, %	≥	90.0	
水分, %	≤	0.5	
pH 值范围	5.0~7.0		
乳液稳定性(稀释 200 倍)	合格		
低温稳定性*(0±1)℃	合格		
热贮稳定性*(54±2)℃	合格		
* 低温稳定性和热贮稳定性试验, 每 3 个月至少进行 1 次。			

## 4 试验方法

## 4.1 抽样

按照 GB/T 1605 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, 最终抽样量一般不少于 200 mL。

## 4.2 鉴别试验

高效液相色谱法——本鉴别试验可与有效成分含量测定同时进行。在相同的色谱操作条件下, 试样溶液中某二色谱主峰的保留时间与喹禾灵标样溶液中两个对映体的色谱峰的保留时间的相对差值应分别在 1.5% 以内, 并且 R-对映体与 S-对映体峰面积的比值约 9:1。

当用规定的试验方法对有效成分鉴别有疑问时, 至少要用另外一种方法进行鉴别。

## 4.3 精喹禾灵质量分数及 R-对映体比例的测定

## 4.3.1 喹禾灵质量分数的测定

## 4.3.1.1 方法提要

试样用丙酮溶解, 以邻苯二甲酸二辛酯为内标, DB-5 30 m×0.32 mm 0.25 μm 膜厚毛细管柱和 FID 检测器, 对试样中的喹禾灵进行气相色谱分离和测定。

## 4.3.1.2 试剂和溶液

丙酮。

喹禾灵标样: 已知含量, ≥98%。

内标物: 邻苯二甲酸二辛酯, 应不含有干扰色谱分析的杂质。

内标溶液: 称取邻苯二甲酸二辛酯 5 g (精确至 0.01 g) 于 500 mL 棕色容量瓶中, 用丙酮溶解并稀释至刻度, 摇匀备用。

## 4.3.1.3 仪器

气相色谱仪: 具 FID 检测器。

色谱数据处理机。

色谱柱: DB-5 30 m×0.32 mm 0.25 μm 膜厚。

## 4.3.1.4 气相色谱操作条件

柱温: 270℃。

检测器温度: 300℃。

气化室温度:270℃。

载气(高纯氮气或高纯氦气)流量:1.5 mL/min。

氢气流量:30 mL/min。

空气流量:300 mL/min。

进样量:1.0 μL。

保留时间:邻苯二甲酸二辛酯约 4.0 min, 啞禾灵约 6.7 min(见图 1)。

上述操作条件是典型的,可根据不同仪器特点,对所给定操作参数作适当调整,以期获得最佳效果。

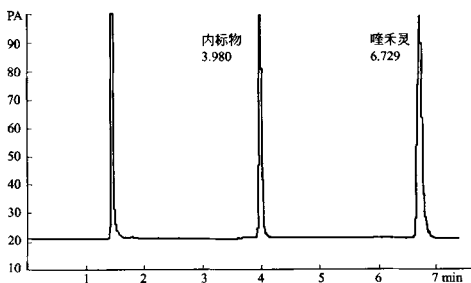


图 1 精啞禾灵乳油与内标物气相色谱图

#### 4.3.1.5 测定步骤

##### a) 标样溶液的配制

称取啞禾灵标样 0.06 g(精确至 0.000 2 g)于 10 mL 容量瓶中,准确移入 5 mL 内标溶液,用丙酮溶解并定容,摇匀。

##### b) 试样溶液的配制

称取含啞禾灵 0.06 g(精确至 0.000 2 g)的试样于 10 mL 容量瓶中,准确移入 5 mL 内标溶液,用丙酮溶解并定容,摇匀。

##### c) 测定

在上述操作条件下,待仪器基线稳定后,连续注入数针标样溶液,直至相邻两针啞禾灵与内标物的峰面积比变化小于 1.0%时,按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序测定。

#### 4.3.1.6 计算

将测得的两针试样溶液及试样前后两针标样溶液中啞禾灵与内标物峰面积比分别进行平均。试样中啞禾灵以质量分数表示的含量  $X_1$  (%),按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{r_2 m_1 P}{r_1 m_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$r_1$ ——相邻两针标样溶液中啞禾灵与内标物峰面积比的平均值;

$r_2$ ——相邻两针试样溶液中啞禾灵与内标物峰面积比的平均值;

$m_1$ ——标样的质量,单位为克(g);

$m_2$ ——试样的质量,单位为克(g);

$P$ ——标样中啞禾灵的质量分数,单位为百分数(%)。

#### 4.3.1.7 允许差

本方法两次平行测定结果相差不应大于 0.3%,取算术平均值为测定结果。

#### 4.3.2 R-对映体比例的测定

## 4.3.2.1 方法提要

试样用流动相溶解,以正己烷+二氯甲烷+甲醇为流动相,使用 Chiralcel OJ 手性柱对对映体进行分离,用紫外检测器测定噻禾灵 R-对映体的比例。也可使用分离效果相当的其他手性柱或流动相。

## 4.3.2.2 试剂

正己烷。

二氯甲烷。

甲醇。

噻禾灵标准品:已知含量,≥98%。

## 4.3.2.3 仪器

高效液相色谱仪:具可变波长紫外检测器。

色谱柱:250 mm×4.6 mm(id)不锈钢柱,填充 Chiralcel OJ,5 μm, Daicel chemical industries Ltd.

色谱数据处理机。

微量进样器:50 μL。

超声波清洗器。

## 4.3.2.4 高效液相色谱操作条件

流动相:正己烷+二氯甲烷+甲醇=550+30+10。

流量:1.8 mL/min。

检测波长:237 nm。

进样量:20 μL。

柱温:室温。

保留时间:噻禾灵 S-对映体 7.06 min, R-对映体 9.66 min(见图 2)。

上述操作参数是典型的,可根据不同仪器的特点,对给定操作参数作适当调整,以期获得最佳效果。

## 4.3.2.5 测定步骤

## a) 对照溶液的配制

称取约 10 mg 噻禾灵标样于 100 mL 容量瓶中,用流动相溶解并定容,摇匀。

## b) 试样溶液的配制

称取约含 10 mg 精噻禾灵的试样于 100 mL 容量瓶中,用流动相溶解并定容,摇匀。必要时用 0.45 μm 滤膜过滤。

## c) 测定

在上述操作条件下,待仪器基线稳定后,连续注入噻禾灵对照溶液,直至相邻两针的噻禾灵 R-对映体、S-对映体的峰面积变化分别小于 1.0%(两个对映体的面积比应为 50:50,偏差不超过 1%。若超过 1%,计算噻禾灵 R-对映体比例时应加以校正),然后注入两针试样溶液。

## 4.3.2.6 计算

试样中噻禾灵 R-对映体比例  $K$ ,按式(2)计算

$$K = \frac{A_R}{A_R + A_S} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$A_R$ ——两针试样溶液中噻禾灵 R-对映体峰面积的平均值;

$A_S$ ——两针试样溶液中噻禾灵 S-对映体峰面积的平均值。

当对照溶液中噻禾灵 R-对映体面积超出两个对映体面积之和的(50±1)%时,试样中噻禾灵 R-对映体的比例  $K'$ ,按式(3)计算:

$$K' = \frac{A_R}{A_R + A_S(A_R'/A_S')} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$A'_k$ ——两针对照溶液中喹禾灵 R-对映体的峰面积的平均值;

$A'_s$ ——两针对照溶液中喹禾灵 S-对映体的峰面积的平均值。

#### 4.3.3 精喹禾灵质量分数的计算

试样中精喹禾灵以质量分数表示的含量  $X_2$ (%),按式(4)计算:

$$X_2 = X_1 K \quad \dots\dots\dots (4)$$

当对照溶液中喹禾灵 R-对映体面积超出两个对映体面积之和的(50±1)%时,试样中精喹禾灵以质量分数表示的含量  $X'_2$ (%),按式(5)计算:

$$X'_2 = X_1 K' \quad \dots\dots\dots (5)$$

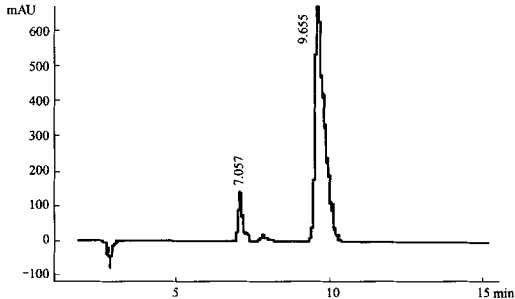


图2 试样中喹禾灵 R、S 对映体拆分色谱图

#### 4.4 水分的测定

按 GB/T 1600 中“卡尔·费休”法进行。

#### 4.5 pH 值的测定

按 GB/T 1601 进行。

#### 4.6 乳液稳定性的测定

按 GB/T 1603 进行。稀释 200 倍,上无浮油、下无沉油或沉淀为合格。

#### 4.7 低温稳定性试验

按 GB/T 19137 进行。离析物体积不大于 0.3 mL、乳液稳定性仍合格判定为合格。

#### 4.8 热贮稳定性试验

按 GB/T 19136 进行。热贮后精喹禾灵含量不低于热贮前含量的 95%、乳液稳定性仍合格判定为合格。

#### 4.9 产品的检验与验收

产品的检验与验收应符合 GB/T 1604 的有关规定,极限数值处理采用修约值比较法。

### 5 标志、标签、包装、贮运

5.1 精喹禾灵乳油的标志、标签、包装和贮存,应符合 GB 3796 和 NT 608 中的有关规定。

5.2 精喹禾灵乳油的包装,通常用棕色玻璃瓶或聚酯瓶,每瓶净含量为 10 mL、20 mL 和 25 mL 等,每箱净含量不超过 10 kg。也可根据用户要求或定货协议,采用其他形式的包装,但要符合 GB 3796 的要求。

5.3 包装件应存放在通风、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:本品属低毒产品。使用本品应戴防护手套。如误食,可催吐或送医院治疗。万一发生中毒现象,应立即送医院,对症治疗。
- 5.6 在使用说明书或包装容器上,除有相应的毒性标示外,还应有毒性说明、中毒症状、解毒方法和急救措施。
- 5.7 保证期:在规定的贮存条件下,精喹禾灵乳油的保证期,从生产日期算起为两年。
-